

# “CARACTERIZACIÓN MEDIANTE REOLOGÍA OSCILATORIA DEL COMPORTAMIENTO DE FLUIDOS DILATANTES”

---

**Sara Gimeno Ortiz**

Tutor

María Jesús López Boada

Andrés Gómez Morón

Leganés, 10 de junio de 2018



# RESUMEN

---

En el siguiente proyecto se estudiarán los fluidos dilatantes, es decir, un tipo de fluido no newtoniano, que aumenta su viscosidad a causa de un esfuerzo. Se explicarán las propiedades de estos fluidos, las teorías de porque se produce y los parámetros que influyen. En el proyecto se centrará en los ensayos oscilatorios para caracterizarlos, ya que los resultados obtenidos son de alta fiabilidad. A través de los ensayos se podrá observar los diferentes comportamientos, lineal y no lineal, centrándose este trabajo en la segunda zona ya que se trata de la zona de dilatancia.

# ABSTRACT

---

In the next project, dilatant fluids will be treated, that is, a non-Newtonian type of fluid, which increases its viscosity due to an effort. It will be studied the properties of this type of fluid, the theories of why it is produced and the parameters that influence it. We will focus on the oscillatory tests to characterize them, since the results obtained are highly reliable. Through the tests, it will be possible to observe the different viscoelastic behaviors, linear and non-linear; this project will be focus on the second zone because it is the dilatation zone.

# ÍNDICE

---

RESUMEN .....	II
ABSTRACT .....	III
ÍNDICE DE FIGURAS .....	VI
ÍNDICE DE TABLAS .....	X
CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN .....	1
1.1    Introducción .....	2
1.2    Objetivos del proyecto .....	2
1.3    Estructura del proyecto .....	2
CAPÍTULO 2: CONCEPTOS DE REOLOGÍA Y CLASIFICACIÓN DE LOS FLUIDOS .....	4
2.1    REOLOGÍA .....	5
2.1.1    Definición .....	5
2.1.1    Introducción a la reología .....	5
2.2    Viscosidad .....	7
2.2.1    Definición .....	7
2.2.2    Tipos de viscosidad .....	8
2.2.3    Unidades .....	8
2.2.4    Variables que influyen a la viscosidad .....	10
2.3    Clasificación de los fluidos .....	11
2.4    Viscoelasticidad .....	19
CAPÍTULO 3: FLUIDOS DILATANTES O SHEAR THICKENING FLUIDS (STF) .....	22
3.1    Introducción y teorías de su comportamiento .....	23
3.1.1    Order-Disorder transition .....	24
3.1.2    Hydrocluster theory .....	25
3.2    Tipos de STF .....	26
3.2.1    Continuo (CST=continuous shear thickening) .....	26
3.2.2    Discontinuo (DST= discontinuous shear thickening) .....	26
3.3    Parámetros de control .....	27
3.3.1    Fracción de volumen sólido .....	28
3.3.2    Tamaño de partícula .....	28
3.3.3    Forma de la partícula .....	29
3.3.4    Distribución del tamaño de las partículas .....	29

3.3.5	Interacción entre partículas .....	30
3.3.6	Viscosidad del medio.....	30
3.3.7	Otros.....	31
3.4	Materiales utilizados.....	31
3.4.1	Fluidos dilatantes basados en partículas.....	31
3.4.2	Fluidos dilatantes no basados en partículas. ....	32
3.5	Aplicaciones actuales .....	32
3.5.1	Dispositivos con rigidez adaptable y amortiguación. ....	33
3.5.2	Estructuras inteligentes “Smart Structures” .....	33
3.5.3	Armadura corporal .....	34
CAPÍTULO 4: TÉCNICAS DE MEDICIÓN EN REÓMETRO .....		35
4.1	Introducción a los reómetros.....	36
4.2	Historia de reómetros .....	37
4.3	Tipos de geometrías en los reómetros .....	38
4.3.1	Cilindros concéntricos .....	38
4.3.2	Placas paralelas .....	39
4.3.3	Placa-cono .....	41
4.3.4	Torsión rectangular .....	43
4.4	Ensayos rotacionales.....	44
4.5	Ensayos oscilatorios .....	45
4.5.1	SAOS (small amplitude oscillatory shear).....	48
4.5.2	LAOS (large amplitude oscillatory shear) .....	52
CAPÍTULO 5. METODOLOGÍA DE ENSAYOS .....		56
5.1	Mezclado de material .....	57
5.2	Protocolo de ensayos.....	57
CAPÍTULO 6. RESULTADOS .....		61
6.1	Flow Sweep .....	62
6.2	Oscillatory amplitude.....	63
6.3	Oscillatory Frequency .....	67
6.4	LAOS .....	71
CAPÍTULO 7. CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS .....		81
7.1	Conclusiones .....	82
7.2	Trabajos futuros.....	82
REFERENCIAS.....		84

# ÍNDICE DE FIGURAS

---

Figura 2.1 Cizallamiento de un fluido disponible [8] .....	8
Figura 2. 2 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b).....	12
Figura 2. 3 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b) en un fluido Newtoniano.....	12
Figura 2. 4 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b) en un fluido pseudoplástico .....	14
Figura 2. 5 Viscosidad respecto velocidad de cizalla en escala logarítmica de un polímero fundido [7] .....	14
Figura 2. 6 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b) en un fluido dilatante.....	17
Figura 2. 7 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b) en un los dos tipos de fluidos plásticos.....	18
Figura 2. 8 Ciclo de histéresis de fluidos tixotrópicos .....	19
Figura 2. 9 Comportamientos en función del tiempo. Comportamiento sólido ideal, viscoelástico y fluido ideal respectivamente. ....	20
Figura 3. 1 Comportamiento general de un fluido dilatante [14]. Viscosidad en función de la velocidad de cizalla .....	23
Figura 3. 2 Cambio de comportamiento mostrando la posición de las partículas [13] .	24
Figura 3. 3 Comportamiento de la viscosidad en un fluido dilatante mediante la teoría de Hydroclusters [16].....	25
Figura 3. 4 Efecto de la velocidad de cizalla en la tensión tangencial. [15] .....	26
Figura 3. 5 Variación de la viscosidad en función de la tasa de empaquetamiento [10] .....	28

Figura 3. 6 Viscosidad en función de la velocidad de cizalla dependiendo de la forma de las partículas [10].....	29
Figura 3. 7 Dependencia de la atracción entre las partículas en la viscosidad [16] .....	30
Figura 3. 8 Viscosidad respecto a velocidad de deformación, en función de la temperatura. [10] .....	31
Figura 4. 1 Señas escalonada y señal oscilatoria respectivamente.....	37
Figura 4. 2: a) Esquema de un reómetro de cilindros concéntricos [20] y b) reómetro de cilindros concéntricos real [33].....	38
Figura 4. 3 Esquema de un reómetro de pared doble [20] .....	39
Figura 4. 4 a) Esquema de un reómetro de placas paralelas [20], b) esquema del gradiente de velocidad y c) Imagen real de un reómetro de placas paralelas [34]. ....	40
Figura 4. 5 Esquema de un reómetro de plato-cono [20] .....	42
Figura 4. 6 Esquema del gradiente de velocidad en un reómetro plato-cono .....	42
Figura 4. 7 Imagen de un reómetro plato-cono [33] .....	42
Figura 4. 8 a) Esquema de un reómetro de torsión circular [20] y b) imagen de un reómetro de torsión circular [35] .....	44
Figura 4. 9 Respuesta en función del tipo de material que ensayemos. Desfase 0 grados para un sólido hookeano y un desfase de 90 grados para un líquido newtoniano. [20]45	
Figura 4. 10. Señal oscilatoria para los ensayos. [19].....	46
Figura 4. 11 Respuesta de un material viscoelástico, observando un desfase entre 0 y 90 grados.....	46
Figura 4. 12 Variación de la en función del ensayo realizado [20].....	47
Figura 4. 13 Comportamiento del módulo $G'$ y $G''$ en función de la amplitud en el ensayo oscilatorio [21].....	48
Figura 4. 14 Triángulo complejo de módulo elástico $G'$ y módulo viscoso $G''$ .....	50



Figura 5. 1 Estructura molecular del polypropylene glicol .....	57
Figura 5. 2 Imagen del reómetro utilizado en los experimentos .....	58
Figura 5. 3 Colocación del fluido dilatante.....	59
Figura 5. 4 Visualización del fluido dilatante en la posición correcta para la realización del ensayo .....	59
Figura 6. 1 Gráfico de viscosidad respecto a la velocidad de cizalla a diferentes % de composición de sílica.....	62
Figura 6. 2 Gráfico de tensión respecto a la velocidad de cizalla a diferentes % de composición de sílica.....	63
Figura 6. 3 Gráficos de los módulos elástico $G'$ y módulos de pérdidas $G''$ en función de la deformación a las velocidades de 7,5 rad/s, 10 rad/s, 12,5 rad/s y 15 rad/s. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica. .	65
Figura 6. 4 Gráficos de la tangente de pérdidas ( $\tan\delta$ ) en función de la deformación a las velocidades de 7,5 rad/s, 10 rad/s, 12,5 rad/s y 15 rad/s. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica. ....	66
Figura 6. 5 Gráficos de la viscosidad compleja ( $\eta^*$ ) en función de la deformación a las velocidades de 7,5 rad/s, 10 rad/s, 12,5 rad/s y 15 rad/s. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica. ....	67
Figura 6. 6 Gráficos de los módulos elástico $G'$ y módulos de pérdidas $G''$ en función de la velocidad angular a las deformaciones de 400%, 500%, 600% y 700%. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica. .	69
Figura 6. 7 Gráficos de tangente de pérdidas en función de la velocidad angular a las deformaciones de 400%, 500%, 600% y 700%. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica. ....	70
Figura 6. 8 Gráficos de viscosidad compleja ( $\eta^*$ ) en función de la velocidad angular a las deformaciones de 400%, 500%, 600% y 700%. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica. ....	71
Figura 6. 9 Deformación y tensión respecto a tiempo. Muestra de 15% de sílica ensayado a 10 rad/s. a) Señal sin eliminar el ruido, b) Señal con el ruido eliminado ..	72

Figura 6. 10 Tensión respecto a deformación. Muestra de 15% de sílica ensayado a 10 rad/s. a) Señal sin eliminar el ruido, b) Señal con el ruido eliminado..... 73

Figura 6. 11 Diagramas de Lissajous, representando la tensión total respecto a la deformación para la muestra de 7,5 % de sílica a diferentes amplitudes de deformación y diversas velocidades angulares (frecuencia)..... 74

Figura 6. 12 Diagramas de Lissajous, representando la tensión total respecto a la deformación para la muestra de 10 % de sílica a diferentes amplitudes de deformación y diversas velocidades angulares (frecuencia)..... 76

Figura 6. 13 Diagramas de Lissajous, representando la tensión total respecto a la deformación para la muestra de 12,5% de sílica a diferentes amplitudes de deformación y diversas velocidades angulares (frecuencia)..... 77

Figura 6. 14 Diagramas de Lissajous, representando la tensión total respecto a la deformación para la muestra de 15 % de sílica a diferentes amplitudes de deformación y diversas velocidades angulares (frecuencia)..... 78

Figura 6. 15 Comportamiento de la señal de salida (torque) en función de la señal de entrada, a medida que aumenta la velocidad angular..... 79

# ÍNDICE DE TABLAS

---

Tabla 1 Características del reómetro AR 2000 ..... 58



# CAPÍTULO 1: INTRODUCCIÓN

---

### 1.1 INTRODUCCIÓN

Los fluidos dilatantes son un tipo de fluidos no newtonianos caracterizados por no poseer una viscosidad constante en función de la velocidad de cizalla producida. Cuando se produce una alta deformación, su viscosidad incrementa notablemente, convirtiéndose prácticamente en un material sólido.

La caracterización del comportamiento de los fluidos dilatantes es reciente, y en la actualidad se ha convertido en el centro de un gran número de estudios. Esta caracterización se encuentra en continua investigación, se busca comprender porque ocurre el aumento de la viscosidad y a qué velocidad crítica se produce. Es importante conocer la zona crítica donde comienza la dilatación, porque varía en función de los materiales como por otros factores, como la temperatura, el tamaño de las partículas sólidas, etc.

Los ensayos más utilizados para caracterizar los fluidos dilatantes son los ensayos oscilatorios, realizados mediante un reómetro. Los ensayos oscilatorios consisten en la introducción de una señal (deformación o tensión) sinusoidal y estudiar la forma de la onda de respuesta (deformación o tensión). El siguiente trabajo está centrado en la zona donde la respuesta no es sinusoidal, es decir, la zona de dilatación.

En la actualidad los fluidos dilatantes se encuentran en desarrollo e investigación por ello, no se encuentran en un gran número de aplicaciones. Se está estudiando para introducirlos en la construcción, protecciones deportivas, defensa, medicina, entre otras. Aunque existen algunas empresas que están apostando por los fluidos dilatantes y están comenzando a comercializar con ellos.

### 1.2 OBJETIVOS DEL PROYECTO

Los objetivos principales que se buscan en este trabajo de fin de grado son los siguientes:

- El estudio de la evolución de la reología a lo largo de la historia y la clasificación de los diferentes tipos de fluidos que existen.
- El estudio de los fluidos dilatantes, para comprender con mayor exactitud el comportamiento de estos en los ensayos.
- Análisis de las técnicas reológicas oscilatorias, SAOS y LAOS.
- Realización de experimentos reológicos con cuatro muestras de fluidos dilatantes para su consiguiente estudio, a través de los diagramas de Lissajous.

### 1.3 ESTRUCTURA DEL PROYECTO

Este trabajo final de grado se ha dividido en siete capítulos, de los cuales se realizará una breve introducción.

- En el capítulo 1: *INTRODUCCIÓN*, se realiza un pequeño resumen de lo que se va a tratar a lo largo del proyecto.

- En el capítulo 2, *CONCEPTOS DE REOLOGÍA Y CLASIFICACIÓN DE LOS FLUIDOS*, se inicia con una breve definición de la reología y la viscosidad, para poder realizar la clasificación de los fluidos existentes. Y por último se define el concepto de viscoelasticidad.
- En el capítulo 3: *FLUIDOS DILATANTES O SHEAR THICKENING FLUIDS (STF)*, se ha comenzado con una definición de fluido dilatante, y la explicación de las teorías de comportamiento. Se ha explicado los diferentes tipos de STF, los parámetros de control que modifican su comportamiento, que materiales se utilizan para conseguir fluidos dilatantes y, por último, cuáles son las aplicaciones actuales de estos fluidos.
- En el capítulo 4: *TÉCNICAS DE MEDICIÓN EN REÓMETRO*, se ha explicado para que se utilizan los reómetros y que tipos existen. Tras ello, se han definido los ensayos rotacionales y los ensayos oscilatorios, focalizando más en estos segundos, ya que los ensayos se realizarán con entrada oscilatoria. Se explicará los ensayos SAOS y LAOS.
- En el capítulo 5, *METODOLOGÍA DE ENSAYOS*, se ha realizado una breve explicación del material utilizado y de los experimentos a realizar con posterioridad.
- En el capítulo 6: *RESULTADOS*, se han realizado una serie de gráficas a modo comparativo para estudiar el comportamiento del fluido dilatante a diferentes parámetros.
- En el capítulo 7: *CONCLUSIONES Y TRABAJOS FUTUROS*, se analizan los resultados obtenidos en las gráficas, y se proponen trabajos futuros basándonos en la investigación realizada.

# CAPÍTULO 2: CONCEPTOS DE REOLOGÍA Y CLASIFICACIÓN DE LOS FLUIDOS

---

Se iniciará con una pequeña introducción a la historia de la reología, a su desarrollo y a la definición de la viscosidad. Se realizará una clasificación de los tipos de fluidos en función del valor de su viscosidad debido a diferentes factores.



## 2.1 REOLOGÍA

### 2.1.1 Definición

La reología es la rama de la física que estudia el flujo y la deformación de los fluidos [1]. Es una palabra que deriva del griego *rhe* (*u*)- *ῥέω* gr. 'fluir' y *logía* - *λογία* gr. 'estudio'. El término de reología fue creado por el Profesor Birgham y cuando en 1929 se creó la “*American Society of Rheology*” se aceptó el término.

La reología se utiliza para describir normalmente un fluido en función de su viscosidad y su elasticidad. Se centra en dos aspectos; el desarrollo de ecuaciones entre esfuerzos (ecuaciones reológicas de estado o ecuaciones constitutivas) y la deformación de un material.

El uso de la reología es esencial en un gran número de empresas, entre las que encontramos las de plásticos, la industria alimenticia, pinturas, aceites lubricantes, entre otras.

### 2.1.1 Introducción a la reología

Aunque para la sociedad la reología es una ciencia nueva, desarrollada en el siglo 20, es algo simplificado, ya que algunos conceptos se remontan a la antigüedad, como los que introdujeron el filósofo griego Heraclito “*Panta rei kai oudén ménei*” que se traduce como “*todo fluye, nada permanece*”, y el profeta judío Deborah por su frase “*Las montañas fluyeron delante del Señor*”.

En 1678 Robert Hooke habló por primera vez de la reología en su libro “*True Theory of Elasticity*”. La teoría se resumía en: “Si se duplica la tensión se duplica la deformación para materiales en estado sólido” [2], [3]

Tras casi una década, en 1687 Isaac Newton publicó en “*Philosophiae Naturalis Principia Mathematica*” la siguiente hipótesis: “La resistencia derivada de la falta de deslizamiento de las partes de un líquido es proporcional a la velocidad con que se separan unas de otras dentro de él “. Esta hipótesis estaba relacionada con el estado de cizalladura simple también conocido como corte. Al deslizamiento que se refiere Newton se conoce como viscosidad dinámica, es decir, la resistencia que opone el material a fluir [4].

La fuerza por unidad de área que se necesita para provocar el movimiento de un fluido se denomina  $\tau$  (esfuerzo o tensión de cizalla). Según Newton, este esfuerzo de cizalla es proporcional a  $du/dy$  (gradiente de velocidad) también conocido como  $D$  o  $\dot{\gamma}$ . Esto significa que, si se duplica la fuerza, se duplica el gradiente de velocidad de deformación:

$$\tau = \mu \frac{du}{dy} = \dot{\gamma} = \mu D \quad (2.1)$$

Esta fórmula se conoce como *Ley de Newton*, y los fluidos que presentan este comportamiento se los denomina Newtonianos. El agua y la glicerina son ejemplos característicos de este tipo de fluidos.

En la misma época que Newton desarrollaba esta teoría, apareció la Ley de Hooke que a diferencia de la anterior era para el estudio de materiales sólidos. Esta teoría es la siguiente:

$$\tau = G \cdot \gamma \quad (2.2)$$

Siendo,  $\tau$  el esfuerzo cortante,  $G$ , el módulo de rigidez y  $\gamma$ , la deformación.

A partir de esta fórmula se deduce que si se aplica un esfuerzo  $\tau$  sobre un cuerpo sólido, este sufrirá una deformación ( $\gamma$ ). Y dicha deformación se mantendrá hasta que el esfuerzo no cese, a no ser que se haya superado el límite elástico.

Durante muchos años la reología se basó en la Ley de Newton para líquidos y la ley de Hooke para sólidos.

En el siglo XIX los científicos comenzaron a tener dudas respecto a la validez universal de estas leyes lineales [5], la ley de Newton y la Ley de Hooke.

En 1835 W. Weber realizó unos experimentos con hilos de seda, sobre los cuales, aplicando esfuerzos longitudinales, observó que para determinados esfuerzos se cumplía la Ley de Hooke sin embargo, llegado a un valor, el hilo no recuperaba la longitud original. Entonces, se producían alargamientos y acortamientos graduales tras la aplicación de la carga con lo que comprobó que con únicamente la ley de Hooke no se podía explicar el comportamiento de este sólido [6].

En 1867 J.C Maxwell escribió un artículo “Sobre *la teoría de los gases*” donde propuso un nuevo modelo matemático para describir a los fluidos que poseen propiedades elásticas.

$$\tau = \beta \cdot \gamma \quad (2.3)$$

Donde  $\beta$  es un parámetro no nulo similar al módulo de rigidez.

Teniendo en cuenta las observaciones de Weber en sólidos y las de Maxwell en líquidos, se llegó a llamar esta conducta “Viscoelasticidad”. A partir de la segunda década del siglo XX se siguió profundizando y apareciendo modelos de comportamiento lineales y no lineales.

A partir de la segunda guerra mundial la reología cobró una gran importancia debido a la búsqueda de nuevos materiales con propiedades viscoelásticas para las armas, y se observó que también la viscosidad podía depender del tiempo (Tixotropía y Reopexía).

En 1945 el profesor Marcus Reiner en honor a la frase del profeta Deborah introdujo un número muy importante en la reología:

$$De = \text{número de Deborah} = \frac{\text{tiempo de relajación}}{\text{tiempo de observación}} = \frac{\tau_c}{T} \quad (2.4)$$

Tiene una gran importancia ya que la marca la diferencia entre los sólidos y los líquidos, cuanto más alto es el número  $De$  consideramos al material como sólido

elástico, y cuanto más bajo es  $De$  se considera al material como un líquido viscoso (fluido).

La reología es una ciencia muy importante en el desarrollo de ciertas industrias como, por ejemplo:

- Industria alimentaria
- Producción de pinturas
- Producción de medicamentos
- Caracterización de gasolinas y otros tipos de hidrocarburos.
- Caracterización de metales y de cristales líquidos
- Producción de pegamentos

## 2.2 VISCOSIDAD

Para el desarrollo de la viscosidad, es importante comprender con anterioridad que es un fluido. Un fluido se entiende en líneas generales como un material al cual, si se le aplica un esfuerzo, se le provocará una deformación, es decir, se pone en movimiento.

### 2.2.1 Definición

Fue Newton quien describió la viscosidad por primera vez como *“la resistencia ejercida, y que surge a partir de una falta en el deslizamiento de un fluido, si el resto de los factores se mantienen, es proporcional a la velocidad a la que las partes de un fluido son separadas entre sí”*

Comenzaremos definiendo la viscosidad como la resistencia que opone un material a fluir. Como hemos visto anteriormente en la Ley de Newton es la viscosidad absoluta la que relaciona el esfuerzo constante con la velocidad de deformación o gradiente de velocidad [3], [6], [7].

$$\tau = \mu \cdot \dot{\gamma} \quad (2.5)$$

Siendo:

$\mu$  = La viscosidad dinámica ( $Pa \cdot s$ )

$\tau$  = el esfuerzo cortante (Pa)

$\dot{\gamma}$  = La velocidad de deformación ( $s^{-1}$ )

Para poder medir y cuantificar el comportamiento de un fluido se debe limitar el fluido, hacer que ocurra mediante medios mecánicos, medir la fuerza necesaria para ello y transformar las fuerzas a datos específicos que puedan ser comparados y estudiados [1].

Como se observa en la figura 2.1, se observa un plato fijo (el inferior) y un plato móvil (el superior) tras los cuales se ha introducido una cantidad de fluido de altura  $h$ . Para poder desplazar el plato móvil respecto al fijo es necesaria una fuerza  $F$  la cual es paralela a la cara móvil. La fuerza  $F$  realiza una deformación conocida como cizallamiento. Lo que significa que se produce un cambio de forma, pero no uno de volumen.

Se define un esfuerzo  $\tau$  como  $F/S$ , siendo  $S$  la superficie de la cara donde aplicamos la fuerza, y se produce una deformación por cizalla ( $\gamma$ ) que la definimos como el cociente de  $\Delta x/h$  donde  $\Delta x$  es la distancia horizontal que se desplaza y  $h$  la altura del fluido [3].

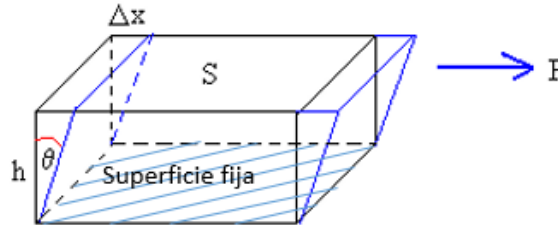


Figura 2.1 Cizallamiento de un fluido disponible [8]

La velocidad de cizalla indica la variación de deformación producida en un tiempo determinado:

$$\frac{dy}{dt} = \dot{\gamma} = D = \frac{du}{dy} (\text{gradiente velocidad}) \quad (2.6)$$

Los fluidos que siguen esta ley se denominan Newtonianos y mantienen la viscosidad constante a una temperatura y presión dadas para cualquier velocidad de cizalla, como se estudiará en el punto 2.3.

### 2.2.2 Tipos de viscosidad

En la reología nos encontramos con varios tipos de viscosidades, los más utilizados son los siguientes [3], [7]:

1. La viscosidad dinámica o absoluta ( $\mu$ ), explicada en el punto anterior 2.2.1 de forma detallada. Se define como la resistencia que opone el fluido a fluir.
2. La viscosidad aparente ( $\eta$ ) medida en  $(Pa \cdot s)$  es un concepto relacionado con los fluidos no-newtonianos. Esta propiedad se define como el cociente entre el esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla en flujo estacionario.

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = f(\dot{\gamma}) \quad (2.7)$$

3. La viscosidad cinemática ( $\nu$ ), se obtiene realizando el cociente de la viscosidad dinámica ( $\mu$ ) y la densidad ( $\rho$ ).

### 2.2.3 Unidades

Las unidades de viscosidad dinámica más empleadas son los *Pascales* y *miliPascales por segundo*  $(Pa \cdot s)$  y  $(mPa \cdot s)$  respectivamente [3].

$$\tau = \mu \frac{du}{dy} \quad (2.8)$$

$$\mu = \frac{\tau}{du/dy} \quad (2.9)$$

Ahora se van a observar las unidades de la viscosidad:

$$\left[ \frac{Pa}{m/s/m} \right] = \left[ \frac{N/m^2}{m/s/m} \right] = \frac{N \cdot s}{m^2} = Pa \cdot s \quad (2.10)$$

Si la fuerza (N) la escribimos como masa (Kg) por gravedad (g) donde las unidades de la gravedad son  $m/s^2$  obtenemos lo siguiente:

$$\left[ \frac{N \cdot s}{m^2} \right] = \left[ \frac{Kg \cdot g \cdot s}{m^2} \right] = \left[ \frac{kg \cdot m \cdot s}{m^2 \cdot s^2} \right] = \frac{kg}{m \cdot s} = Pa \cdot s \quad (2.11)$$

Además de utilizar el sistema internacional se utiliza el sistema cegesimal que se basa en el centímetro, el gramo y el segundo. Una unidad que se utiliza con frecuencia en la viscosidad es el Poise (P), que equivale a:

$$\left[ \frac{Dina}{cm^2 \cdot \frac{cm}{s \cdot cm}} \right] = \left[ \frac{gr \cdot cm}{s \cdot cm^2 \cdot \frac{cm}{s \cdot cm}} \right] = \frac{gr}{cm \cdot s} = Poise \quad (2.12)$$

$$Pa \cdot s = \frac{kg}{m \cdot s} = 10 Poise \quad (2.13)$$

La viscosidad del agua a 294.15 K es 0.01 Poise (1 centipoise) por lo que utilizamos normalmente el cP o mPa s ya que si operamos las unidades se obtiene que:

$$1 \text{ Cp} = 1 \text{ mPa s} \quad (2.14)$$

La viscosidad cinemática ( $\nu$ ) se mide en:

- En sistema internacional

$$[\nu] = \left[ \frac{Pa \cdot s}{kg/m^3} \right] = \left[ \frac{m^2}{s} \right] \quad (2.15)$$

- En sistema cegesimal

$$[v] = \left[ \frac{\text{Poise}}{\text{gr}/\text{cm}^3} \right] = \left[ \frac{\text{gr}/\text{cm} \cdot \text{s}}{\text{gr}/\text{cm}^3} \right] = \left[ \frac{\text{cm}^2}{\text{s}} \right] = \text{Stokes} \quad (2.16)$$

$$1 \text{ m}^2/\text{s} = 10^4 \text{ stokes}(\text{St}) = 10^6 \text{ centistokes}(\text{cSt}) \quad (2.17)$$

## 2.2.4 Variables que influyen a la viscosidad

Hay ciertas variables o factores que influyen a la viscosidad, y son las siguientes:

- Variación en la viscosidad debido a la temperatura en líquidos

La viscosidad disminuye con el aumento de la temperatura. Nos encontramos con la existencia de varias fórmulas que permiten evaluar el cambio de la viscosidad en función de la temperatura. Las más importantes son [9]:

1. La ecuación de Arrhenius

$$\mu = A \cdot e^{\frac{B}{T}} \quad (2.18)$$

Siendo,  $\mu$ , la viscosidad dinámica ( $\text{Pa} \cdot \text{s}$ ),  $T$ , la temperatura absoluta en Kelvin y  $A$  y  $B$  son constantes intrínsecas al líquido.

2. La ecuación de Poiseuille (1840)

$$\mu = \frac{\mu_0}{1 + \alpha T + \beta T^2} \quad (2.19)$$

Donde  $\mu_0$  es la viscosidad dinámica a  $0^\circ\text{C}$  y  $\alpha$  y  $\beta$  son coeficientes constantes.

- Variación en la viscosidad debido a la presión en líquidos.

La viscosidad en la mayoría de los líquidos aumenta con el aumento de presión, con la excepción del agua a temperaturas inferiores a  $30^\circ\text{C}$ . Los cambios de la viscosidad respecto a la presión son muy pequeños, y en muchas ocasiones se pueden llegar a despreciar. Se tiene una ecuación que nos permite tener en cuenta la presión y la temperatura que es la siguiente:

1. La ecuación de Barus

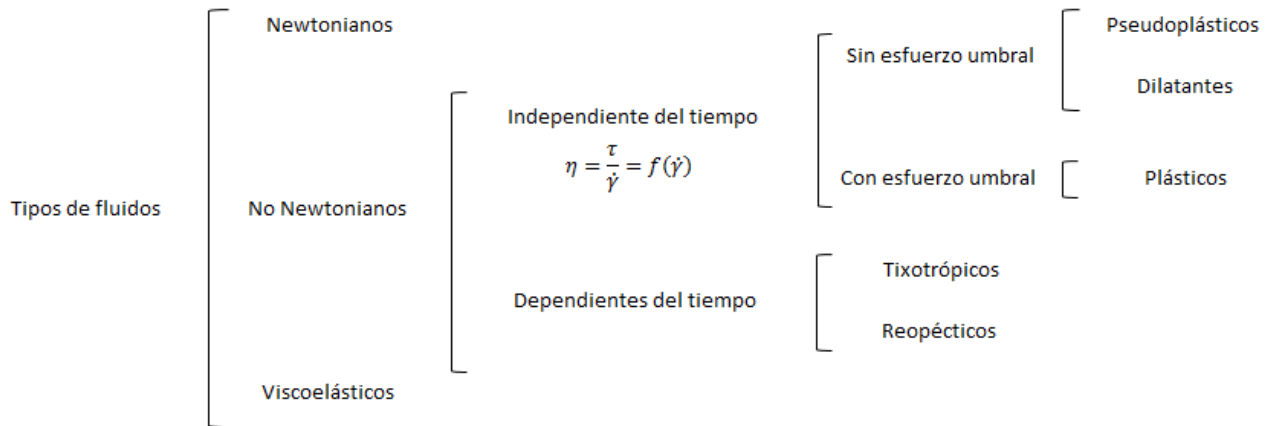
$$\mu = \mu_0 \cdot e^{\left[AP - \frac{B}{T - T_0}\right]} \quad (2.20)$$

Donde  $\mu_0$  es la viscosidad a una  $T_0$  y a presión atmosférica y A y B son constantes intrínsecas al fluido con el que estemos trabajando.

- Variación de la viscosidad debido a la velocidad de deformación.
- Variación de la viscosidad con el tiempo de aplicación de la cizalla.

## 2.3 CLASIFICACIÓN DE LOS FLUIDOS

La reología ha realizado una clasificación de los diferentes tipos de fluidos que existen [3] como se puede ver en el siguiente esquema:



A diferencia de los fluidos viscosos, en los cuales toda la energía de deformación se disipa, en los fluidos viscoelásticos la energía de deformación puede recuperarse como ocurre en los sólidos elásticos, como se desarrollará en el punto 2.5.

En la figura 2.2 se puede observar el cambio que se produce en la tensión tangencial y la viscosidad a medida que aumentamos la velocidad de cizallamiento en función del tipo de fluido.

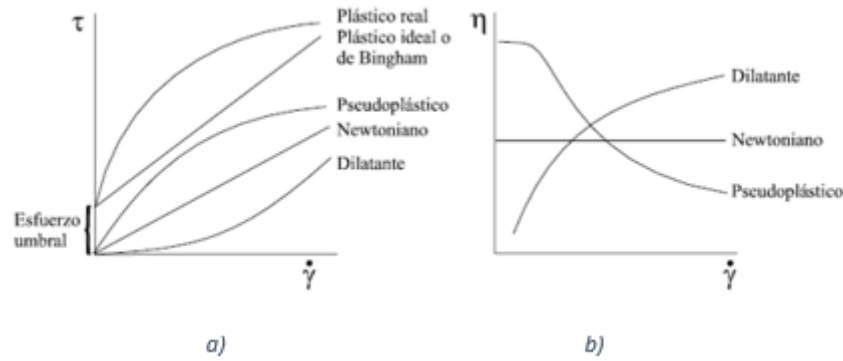


Figura 2. 2 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b)

Ahora se realizará un estudio más detallado de cada uno de los fluidos:

### - Newtonianos

Un fluido newtoniano es aquel que para cualquier valor de  $\tau$  (tensión de cizalla) su viscosidad permanece constante a una presión y una temperatura dadas, como se ha desarrollado anteriormente en el apartado 2.2.1.

La representación gráfica de  $\tau$  respecto tasa de deformación de un fluido newtoniano es una recta que pasa por el origen, donde la pendiente (la tangente de  $\alpha$ ) equivale a la viscosidad  $\mu$  como podemos observar en la figura 2.3.

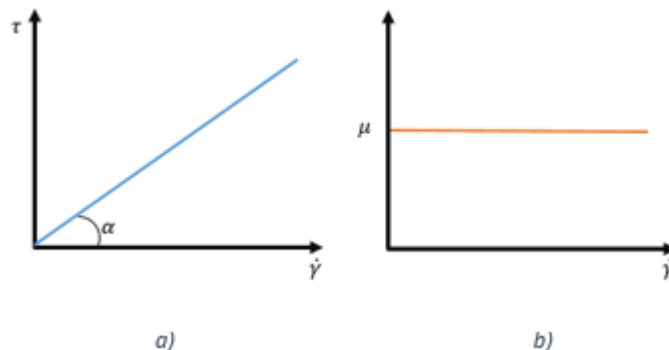


Figura 2. 3 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b) en un fluido Newtoniano

Observamos en sus curvas características (figura 2.3) lo que se ha expuesto con anterioridad, la viscosidad es independiente de la velocidad de cizallamiento para los fluidos Newtonianos. El ejemplo más conocido de este tipo de fluido es el agua.

Sin embargo, nos encontramos con sustancias de utilidades muy importantes que su comportamiento no sigue la Ley de Newton, ya que su viscosidad a una temperatura y presión dadas varía en función del gradiente de velocidad o la velocidad de deformación. A los fluidos que no cumplen la proporcionalidad entre



tensión tangencial y velocidad de deformación se les ha denominado, FLUIDOS NO NEWTONIANOS.

- **Pseudoplásticos (reofluidizantes o shear-thinning)**

En la mayoría de los fluidos, la viscosidad disminuye con el aumento de la velocidad de deformación, dando lugar a lo que denominamos pseudoplasticidad, comportamiento no newtoniano. Se encuentra en un gran número de materiales con aplicación industrial por ello se ha estudiado ampliamente.

La relación más sencilla que describe este tipo de comportamientos es:

- Ley de Potencia o ecuación de Ostwald (1925)

$$\tau = k \cdot (\dot{\gamma})^n \text{ siendo } n < 1 \quad (2.21)$$

Siendo K y n constantes intrínsecas del fluido. K es una medida de la consistencia del fluido y se denomina *índice de consistencia* y la n es un coeficiente indicativo de la desviación de un fluido respecto a uno newtoniano.

Para estos fluidos se debe definir la viscosidad aparente:

$$\mu_a = \eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = k \cdot \frac{(\dot{\gamma})^n}{\dot{\gamma}} = k(\dot{\gamma})^{n-1} \quad (2.22)$$

Se puede ver que este modelo tiene un defecto y es que si  $\dot{\gamma} \rightarrow 0$  la viscosidad aparente  $\mu_a \rightarrow \infty$ , y físicamente no es posible. Además, la k depende de n, y el valor de n no se mantiene constante en algunos tramos del flujo. A pesar de ello es de las leyes más utilizadas debida a su simplicidad. Normalmente los fluidos pseudoplásticos a velocidades de cizalla muy pequeñas y a velocidades muy altas se comportan como fluidos newtonianos, y en las velocidades medias es donde se encuentra el comportamiento pseudoplástico la cual es la zona que nos interesa estudiar, y la ley de potencia describe dicho efecto con precisión.

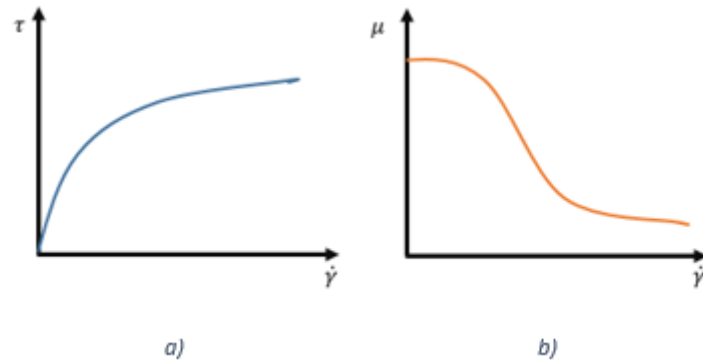


Figura 2. 4 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b) en un fluido pseudoplástico

En la figura 2.5 podemos observar mejor el comportamiento de la viscosidad de un polímero fundido.

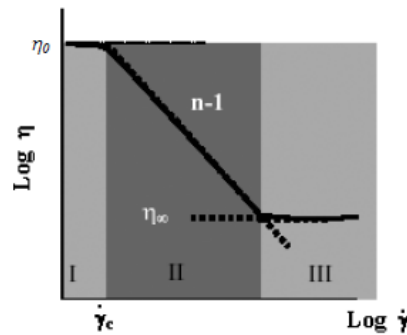


Figura 2. 5 Viscosidad respecto velocidad de cizalla en escala logarítmica de un polímero fundido [7]

La curva indica que a una velocidad de deformación muy baja la viscosidad es constante y también lo es cuando la velocidad de deformación es muy alta. Estos dos extremos se llaman primera y tercera región de Newton. El valor de la mayor viscosidad se denomina *Viscosidad cero*( $\eta_0$ ) [2], [7].

Lo que también se observa es que en mitad de la gráfica la viscosidad varía muy poco y que después va aumentando prácticamente de forma lineal con la velocidad, es decir a partir de un punto empieza a comportarse como un plástico de Bingham.

Para la descripción general de estas curvas Cross (1965) propuso una ecuación en la cual se necesitan cuatro parámetros.

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \frac{1}{(1 + (k\dot{\gamma})^m)} \quad (2.23)$$

Operando esta fórmula llegamos a una expresión equivalente:

$$(k\dot{\gamma})^m = \frac{\eta_0 - \eta}{\eta - \eta_{\infty}} \quad (2.24)$$

Donde  $\eta_\infty$  y  $\eta_0$  hacen referencia a las asíntotas a muy bajas y a muy altas velocidades como se observa en la figura 2.5,  $k$  es una constante con dimensiones de tiempo y  $m$  es un número adimensional.

Un modelo alternativo al modelo de Cross es el modelo de Carreau (1972):

$$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{(1 + (k_1 \dot{\gamma})^2)^{m_1/2}} \quad (2.25)$$

Donde  $k_1$  y  $m_1$  tienen un significado muy similar a  $k$  y  $m$  del modelo de Cross.

Hay un modelo generalizado que se denomina Carreau-Yasuda [11] que tiene una gran flexibilidad e incluye todo este tipo de comportamiento y se expresa con la siguiente ecuación [7]:

$$\eta = (\eta_0 - \eta_\infty) [1 + (\lambda \dot{\gamma})^a]^{\frac{n-1}{n}} + \eta_\infty \quad (2.26)$$

En este modelo encontramos cinco parámetros,  $\eta_0$  es la viscosidad newtoniana a velocidades de deformación pequeñas,  $\eta_\infty$  es la viscosidad newtoniana a valores de velocidad de cizalla muy altos,  $\lambda$  es una constante de tiempo,  $n$  es el parámetro de la ley de potencias y por último,  $a$  es una constante adimensional [11].

Se pueden realizar aproximaciones al modelo de Cross considerando  $\eta \gg \eta_\infty$  y  $\eta_0 \gg \eta$  y el modelo se reduce a:

$$\eta = \frac{\eta_0}{(k \dot{\gamma})^m} \quad (2.27)$$

Si realizamos una redefinición de parámetros se obtiene:

$$\eta = k_2 \dot{\gamma}^{n-1} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = k \cdot \frac{(\dot{\gamma})^n}{\dot{\gamma}} = k(\dot{\gamma})^{n-1} \quad (2.28)$$

Conocida como la ley de la potencia, una forma simple y efectiva de realizar cálculos aproximados de la viscosidad. Donde  $k_2$  es la consistencia y  $n$  el parámetro de la ley de potencia.

También se puede suponer solo que  $\eta_0 \gg \eta$  y tendríamos:

$$\eta = \eta_\infty + \frac{\eta_0}{(k \dot{\gamma})^m} \quad (2.29)$$

Reescribiéndola con la ley de potencia obtenemos el modelo de Sisko (1958)

$$\eta = \eta_\infty + k_2 \dot{\gamma}^{n-1} \quad (2.30)$$

Si volvemos a redefinir parámetros podemos escribir:

$$\tau = \tau_y + \eta_p \dot{\gamma} \quad (2.31)$$

Donde  $\tau_y$  es el punto de fluencia y  $\eta_p$  la viscosidad plástica. Y hemos conseguido el modelo de Bingham.

La ecuación más útil es el modelo de la potencia, se utiliza con mucha frecuencia para describir comportamientos en fluidos no newtonianos. Esta ecuación falla para velocidades muy altas donde la viscosidad tiende a un valor constante, cuando esto ocurre se rectifica haciendo uso del modelo de Sisko.

Retornando a la ley de potencias, observamos que si despejamos  $\tau$  de las ecuaciones 2.21 y 2.22 obtenemos:

$$\tau = k(\dot{\gamma})^{n-1} \cdot \dot{\gamma} = \mu_a \cdot \dot{\gamma} \quad (2.32)$$

Donde  $\tau$  es el esfuerzo cortante,  $\dot{\gamma}$  la velocidad de deformación y  $k$  depende del valor de la viscosidad aparente como se observa en el desarrollo.

También se podría escribir de forma logarítmica y de esta forma a la hora de representarlo se obtiene una gráfica lineal y así poder calcular el valor de  $n$  de nuestro fluido, que será la pendiente como se observa en la gráfica de la figura 2.5.

$$\log \tau = \log k + n \cdot \log \dot{\gamma} \quad (2.33)$$

Se ha observado que la ley de potencia tiene algunos fallos en ciertas situaciones, por ello se han desarrollado otras teorías para que esto no ocurra. Son las siguientes [12]:

- Ley de Prandtl

$$\tau = A \sin^{-1}(\dot{\gamma}/C) \quad (2.34)$$

- Ley de Eyring

$$\tau = \frac{\dot{\gamma}}{B} + C \sin\left(\frac{\tau}{A}\right) \quad (2.35)$$

- Ley de Powell-Eyring

$$\tau = A\dot{\gamma} + B \sinh^{-1}(C\dot{\gamma}) \quad (2.36)$$

- Ley de Williamson

$$\tau = \frac{A\dot{\gamma}}{B + \dot{\gamma}} + \mu_{\infty}\dot{\gamma} \quad (2.37)$$

Son fluidos complejos y hay diversas explicaciones. La explicación más extendida es la explicación de la disminución de la viscosidad a causa del alineamiento de sus fibras, de esta forma se hace más sencillo producir el

desplazamiento, y según se aumenta la velocidad de cizalla las fibras se recolocan orientándose hacia la misma dirección

Algunos ejemplos de fluidos pseudoplásticos son algunas pinturas, la mostaza, el ketchup, etc.

- Dilatantes (reoespesante o shear thickening)

Los fluidos dilatantes son fluidos no newtonianos que sufren un aumento de la viscosidad con el aumento de la velocidad de cizalla, esto ocurre debido a la reorganización de la estructura como se verá en el capítulo 3. En la figura 2.6 se puede observar el comportamiento que presenta este tipo de fluidos.

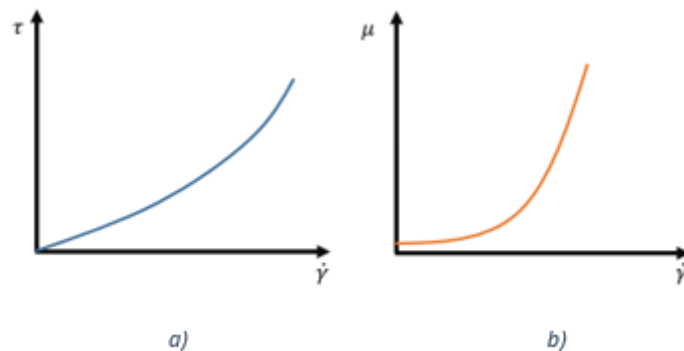


Figura 2. 6 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b) en un fluido dilatante.

Este tipo de fluidos son muy escasos en la naturaleza, algunos ejemplos serían; arena mojada, disoluciones de harina de maíz.

El modelo matemático que describe a los fluidos dilatantes es la ley de potencia o de Ostwald vista en los fluidos pseudoplásticos, únicamente cambia el valor de  $n$ .

$n=1$  fluido newtoniano

$n<1$  pseudoplástico o reofluidizante

**$n>1$  dilatante o reoespesante**

$$\tau = k \cdot (\dot{\gamma})^n \quad (2.38)$$

Dado que el estudio y la caracterización de este tipo de fluidos son el objetivo del trabajo, se realizará un análisis más en profundidad en el capítulo 3 del mismo.

- Plásticos

Son materiales que tienen un comportamiento de fluido hasta alcanzar una tensión umbral y a partir de este valor se inician a comportar como un fluido. Dentro de ellos encontramos dos tipos: plásticos de Bingham donde existe una proporcionalidad entre el esfuerzo cortante y la velocidad de cizalla, y si no existe únicamente se denominan plásticos; cómo se puede observar en la figura 2.7

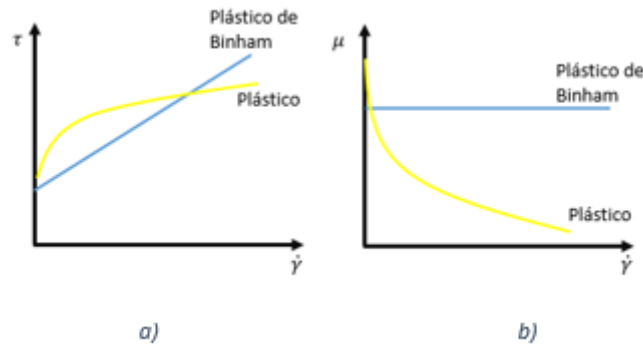


Figura 2. 7 Gráfico de la variación de la tensión tangencial (a) y la viscosidad respecto a la velocidad de cizallamiento (b) en los tipos de fluidos plásticos.

La viscosidad de los plásticos reales disminuye con el aumento de la velocidad de cizalla, hasta tender a un valor asintótico  $\mu_{\infty}$ .

Este tipo de fluidos se pueden describir a través de los siguientes modelos matemáticos:

- Ecuación de Bingham (1922). Se aplica a los plásticos de Bingham

$$\tau = \tau_0 + \eta \frac{du}{dx} = \tau_0 + \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (2.39)$$

Donde  $\tau_0$  es la tensión umbral de fluencia ( $Pa$ ),  $\eta$  la viscosidad aparente ( $Pa \cdot s$ ) y  $\dot{\gamma}$  la velocidad de deformación ( $s^{-1}$ ).

Este modelo representa un comportamiento newtoniano una vez superado el nivel umbral de tensión. El plástico ideal de Bingham es a  $\tau < \tau_0$  un sólido elástico en los que no fluye ni se deforma, y una vez superado es un fluido newtoniano.

- Ecuación de Casson. Se aplica a los fluidos plásticos que no tienen proporcionalidad entre la tensión de cizalla y la velocidad de deformación.

$$\sqrt{\tau} = \sqrt{\tau_0} + \mu_c \cdot \sqrt{\dot{\gamma}} \quad (2.40)$$

Donde  $\tau_0$  es la tensión umbral de fluencia ( $Pa$ ),  $\mu_c$  es la viscosidad definida por Casson ( $Pa \cdot s$ ) y  $\dot{\gamma}$  la velocidad de deformación ( $s^{-1}$ )

- Tixotrópicos [9] y Reopécticos

Los fluidos tixotrópicos como los reopécticos tienen la particularidad de que su viscosidad también depende del tiempo de aplicación de la deformación. El comportamiento de estos dos tipos de fluidos depende en gran parte de la historia y dependiendo del experimento que se realice obtenemos unas gráficas u otras.

Para el caso de los fluidos tixotrópicos, el valor de la viscosidad disminuye. Algunos ejemplos de fluidos tixotrópicos son las gelatinas, mahonesa, almidones, etc.

En la figura 2.8 se observa el denominado ciclo de histéresis de la tixotropía. Estos materiales solo recuperan su viscosidad inicial tras un tiempo en reposo. Según aplicamos una fuerza la viscosidad va disminuyendo y cuando permanece en reposo sus estructuras se reconstruyen y vuelve a aumentar.

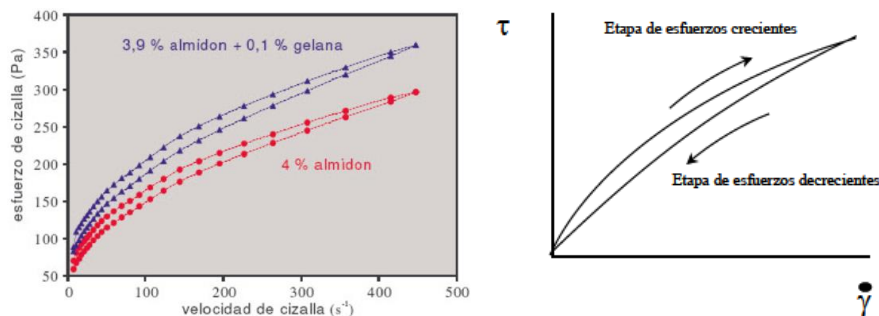


Figura 2. 8 Ciclo de histéresis de fluidos tixotrópicos

Los fluidos reopécticos se comportan de forma muy similar a los tixotrópicos, pero de forma opuesta, es decir, su viscosidad aparente aumenta con el tiempo y con la velocidad de deformación al que está sometido y después presentan una histéresis inversa a los anteriores. Cuando la fuerza cesa se produce la rotura de los enlaces y disminuye la viscosidad.

Este tipo de material es muy escaso, un ejemplo de él son los betunes.

## 2.4 VISCOELASTICIDAD

Para estudiar el comportamiento reológico de los materiales se han desarrollado modelos en los que siguen la ley de Hooke (2.1) si es un sólido ideal o idealmente elástico o la ley de Newton (2.2) si es un líquido ideal o material viscoso ideal. [9]

$$\sigma = \tau = G \cdot \gamma \quad (2.41)$$

Donde  $G$  es el módulo de cizalla y  $\gamma$  es la deformación de cizalla.

Estos modelos son idealizaciones, aunque si es cierto que muchos sólidos se aproximan al comportamiento de la ley de Hooke en pequeñas deformaciones y el de muchos líquidos a la ley de Newton para bajas velocidades de deformación.

Los materiales se clasifican en líquidos y sólidos ideales y en líquidos y sólidos viscoelásticos, en función de su respuesta de relajación cuando aplicamos una deformación en ellos.

La viscoelasticidad es una propiedad de los materiales dependiente del tiempo en la cual tienen al mismo tiempo un comportamiento de sólido ideal (elástico) y de líquido ideal (viscoso).

Los fluidos ideales se deforman irreversiblemente ya que la energía aplicada se transforma completamente en calor y cuando desaparece la fuerza no recuperan su forma original.

En cambio, en los sólidos ideales la energía de deformación y la forma original se recuperan una vez que se detiene la aplicación de la fuerza.

La realidad es, que la mayoría de los materiales tienen un comportamiento viscoelástico, en el que disipan una parte de la energía de deformación a fluir y almacenan otra parte, que emplean para recuperar una parte de su forma original una vez que se detiene la fuerza aplicada.

En la figura 2.9 podemos observar los diferentes comportamientos siendo elástico, viscoelástico y viscoso respectivamente.

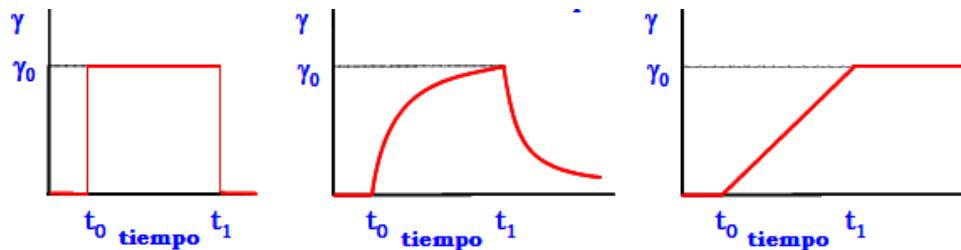


Figura 2. 9 Comportamientos en función del tiempo. Comportamiento sólido ideal, viscoelástico y fluido ideal respectivamente.

El parámetro que se utiliza para clasificar los materiales en función de su comportamiento elástico, viscoso, o viscoelástico es el número de Deborah ( $De$ ).

$$De = \frac{\tau_c}{T} \quad (2.42)$$

Donde:

- $T$  es el tiempo del proceso de deformación al que se somete a una sustancia.
- $\tau_c$  es el tiempo de relajación característico de la sustancia.

Sabemos que para un sólido de Hooke el tiempo de relajación es infinito y en cambio para un fluido de Newton es 0.

En función del número de Deborah encontramos:

$$De < 1 \text{ Comportamiento viscoso}$$



$De > 1$  Comportamiento elástico

$De \approx 1$  Comportamiento viscoelástico

Se desarrolla una particularización de la ley de Hooke donde:

$$G(t) = \frac{\tau(t)}{\gamma} \quad (2.43)$$

Donde  $G(t)$  es el módulo de relajación lineal medido en Pa, y es la función que cuantifica el comportamiento.

Dentro de la viscoelasticidad podemos encontrar dos tipos:

- Viscoelasticidad lineal
- Viscoelasticidad no lineal

## CAPÍTULO 3: FLUIDOS DILATANTES O SHEAR THICKENING FLUIDS (STF)

---

En este punto se tratará más en profundidad los fluidos dilatantes, viendo las teorías de porqué se produce este fenómeno, los tipos de STF que se encuentran, los parámetros de control de los cuales dependen la viscosidad, los materiales más utilizados para conseguirlos y por último nos centraremos en las aplicaciones que tienen en la actualidad.

### 3.1 INTRODUCCIÓN Y TEORÍAS DE SU COMPORTAMIENTO

El comportamiento dilatante se encuentra en la categoría de fluido no newtoniano, y corresponde a cualquier comportamiento en el que la viscosidad aumente con la velocidad de corte, como se ha visto en el capítulo 2. Explicado con otras palabras, bajo una alta velocidad de corte actúan como sólidos, en cambio si se retira el esfuerzo el fluido dilatante vuelve a comportarse como un líquido. Este fenómeno se ha observado en suspensiones coloidales concentradas [13]. En la figura 3.1 se puede observar el comportamiento general de un fluido dilatante el cual se expresa matemáticamente como [14]:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_1 = \eta_c + \frac{\eta_0 - \eta_c}{1 + \left[ K_1 \left( \frac{\dot{\gamma}^2}{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_c} \right) \right]^{n_1}} & \text{for } \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_c \\ \eta_2 = \eta_{max} + \frac{\eta_c - \eta_{max}}{1 + \left[ K_2 \left( \frac{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_c}{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_{max}} \right) \dot{\gamma} \right]^{n_2}} & \text{for } \dot{\gamma}_c \leq \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_{max} \\ \eta_3 = \frac{\eta_{max}}{1 + [K_3(\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_{max})]^{n_3}} & \text{for } \dot{\gamma} \geq \dot{\gamma}_{max} \end{cases} \quad (3.1)$$

El efecto de los fluidos dilatantes se miden como un parámetro que mide la diferencia entre la viscosidad más alta y la más baja

$$E_{st} = \eta_{min}/\eta_{max} \quad (3.2)$$

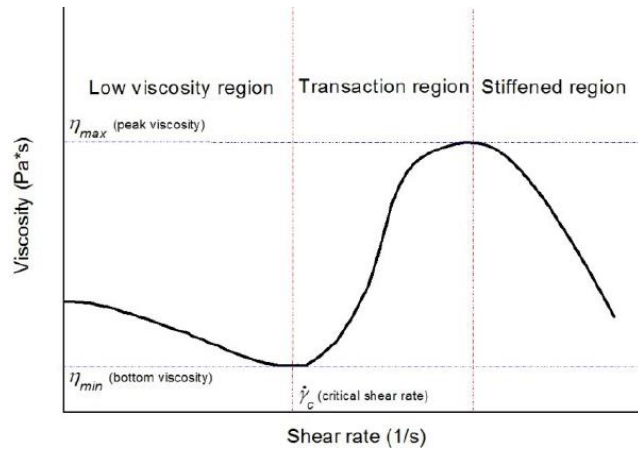


Figura 3. 1 Comportamiento general de un fluido dilatante [14]. Viscosidad en función de la velocidad de cizalla

En la figura 3.2 se puede observar como el comportamiento pasa de ser reofluidizante a dilatante en función del aumento de la velocidad de corte. Cuando el fluido se encuentra en equilibrio las partículas se encuentran distribuidas en el medio, según se aumenta la velocidad de cizalla las partículas empiezan a formar capas, lo que produce un estado de desorden. Si se continúa aumentando la velocidad de corte, las partículas comienzan a agruparse formando grupos de partículas.

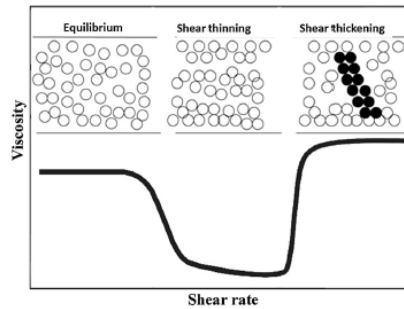


Figura 3. 2 Cambio de comportamiento mostrando la posición de las partículas [13]

El fenómeno de dilatancia es completamente reversible, y tras dejar de aplicar un esfuerzo de corte, las agrupaciones que se han formado se deshacen y vuelven a encontrarse distribuidas a través del medio.

Debido a la importancia técnica del comportamiento dilatante, hace aproximadamente un siglo, se comenzó a intentar explicar el aumento de viscosidad de algunos materiales, pero estas teorías eran cualitativas y no consideraban los reordenamientos microestructurales que son los responsables de este fenómeno. No fue hasta 1974 que Hoffman realizó la primera teoría a la que llamaría “Order-disorder transition”. Más adelante se desarrolló una más completa conocida como, “Hydrocluster Theory”.

### 3.1.1 Order-Disorder transition

En 1974, Hoffman desarrolló la teoría “*order-disorder transition*”, utilizando técnicas reométricas y la dispersión de luz, basándose en argumentos de empaquetamiento del material. Realizó investigaciones de las suspensiones mono dispersas concentradas y observó que estas suspensiones tenían patrones de difracción de luz que cambiaban con el inicio de la región de dilatancia. Demostró que para un número de suspensiones de partículas de polímero a baja cizalladura existía un patrón de difracción que indicaba ordenamiento de las capas, producidas por las fuerzas de atracción y repulsión entre las fuerzas de corte formando capas bidimensionales empaquetadas hexagonalmente, antes de llegar al momento de viscosidad. Estas capas son paralelas al plano de acción de la fuerza de corte, teniendo un eje siempre en la dirección del flujo. Cuando la aplicación de la fuerza se ve aumentada (aumenta la velocidad de corte), y pasa a ser excesiva, entonces se transmite a través de los átomos circundantes. Finalmente, se alcanza el valor crítico de fuerza que cuando supera las fuerzas de repulsión, se produce inestabilidad en el flujo. Los esfuerzos cortantes de las capas son solo suficientes para superar las fuerzas entre las esferas que se mantienen unidas. Por esta inestabilidad, las capas ordenadas se descomponen y se producen choques de unas con otras, comenzándose a atascar, y por consecuencia se produce un salto en el valor de la viscosidad. [15, 16,17]. Este estudio tuvo un gran éxito en la predicción de la velocidad de corte crítica( $\dot{\gamma}_{min}$ ).

Con los años se ha observado que podemos tener una fase discontinua (DST) sin necesidad de producirse de “*order-disorder transition*”. Por lo tanto, se continuó con la investigación y tras diversas simulaciones y experimentaciones

se vio que el comportamiento reversible de los STFs es debido a la formación de agrupaciones de partículas, y se desarrolló la teoría “Hydrocluster Theory” [15,17].

### 3.1.2 Hydrocluster theory

La otra teoría que se introdujo para explicar el comportamiento de dilatación de los fluidos es “hydrocluster theory”, la cual, fue introducida en 1985 por Brady y Bossi [18]. Esta teoría involucra las interacciones entre las partículas y las fuerzas hidrodinámicas entre el material de relleno y la fase continua de los STF. En la forma de equilibrio de los STFs solo se ven afectados por fuerzas estocásticas (aleatorias, variables) e interparticulares, que son electrostáticas y brownianas (en todas direcciones). Cuando la cizalladura es baja, aunque creciente, ambas fuerzas (entre partículas e hidrodinámicas) comienzan a ser efectivas.

Una vez que ha comenzado a crecer la cizalladura desde valores pequeños, las fuerzas (interparticulares e hidrodinámicas) aparecen y se comienzan a hacer efectivas. A medida que se aumenta la fuerza, las fuerzas de lubricación hidrodinámica comienzan a dominar sobre las otras, y cuando alcanzan el mismo orden de magnitud, las partículas de los fluidos STFs comienzan a atascarse formando “hydroclusters” que son grupos de partículas que soportan tensiones [13]. La dificultad que se produce a la hora de desplazarse las partículas implica un aumento importante en la viscosidad.

En la imagen 3.3 se puede observar la formación de los “hydroclusters” a medida que aumentamos la velocidad cizalla.

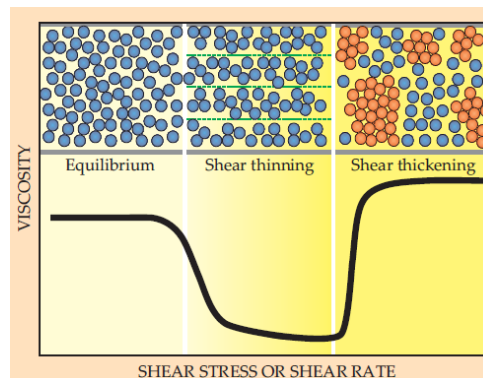


Figura 3. 3 Comportamiento de la viscosidad en un fluido dilatante mediante la teoría de Hydroclusters [16]

Finalmente, lo que estamos realizando es un equilibrio de fuerzas:

$$F_{Brownianas} + F_{estostáticas} \approx F_{hidrodinamica} + F_{friccion} \quad (3.3)$$

Sabiendo que las fuerzas hidrodinámicas son las reacciones del flujo sobre las partículas sólidas.

Las fuerzas de fricción son causadas por el choque entre partículas, pero no son predominantes por lo que lo asemejamos a 0 ( $F_{friccion} \approx 0$ ). [19]

### 3.2 TIPOS DE STF

Se encuentran diferentes tipos de comportamiento dilatante, cada uno caracterizado por diferentes características y probablemente debido a diferentes mecanismos. En este trabajo se realizará un resumen de las características principales de cada uno de los tipos; continuo y discontinuo [15]

#### 3.2.1 Continuo (CST=continuous shear thickening)

El grado en el que la viscosidad aumenta con la tasa de corte depende de la fracción de empaquetamiento ( $\phi$ ) de las partículas sólidas. El fenómeno de dilatancia apenas se produce en suspensiones diluidas, pero va apareciendo gradualmente en factores de empaquetamiento intermedios, normalmente  $0,3 \leq \phi \leq 0,4$  en suspensiones de esferas sólidas.

En este tipo de concentraciones de partículas, el incremento de la viscosidad se produce poco a poco, por ello nos referimos a él como un comportamiento 'continuo'. La tasa de aumento de la viscosidad con la velocidad de cizallamiento aumenta gradualmente con la fracción de empaquetamiento. Normalmente, encontramos que la fase dilatante se produce a partir de una tensión crítica o tensión mínima ( $\tau_c$  ó  $\tau_{min}$ ), la cual es prácticamente independiente del empaquetamiento. Por debajo de la tensión crítica encontramos que el fluido se comporta como reofluidizante o como Newtoniano, dependiendo del tipo suspensión. [15,18]

#### 3.2.2 Discontinuo (DST= discontinuous shear thickening)

En un alto número de fluidos dilatantes, se puede detectar un aumento pronunciado de la viscosidad al aumentar la fracción de empaquetamiento, y se observa un salto repentino a cierta velocidad de cizallamiento. En la figura 3.4 podemos observar en un mismo fluido diferentes comportamientos en función de la velocidad de cizalla [15].

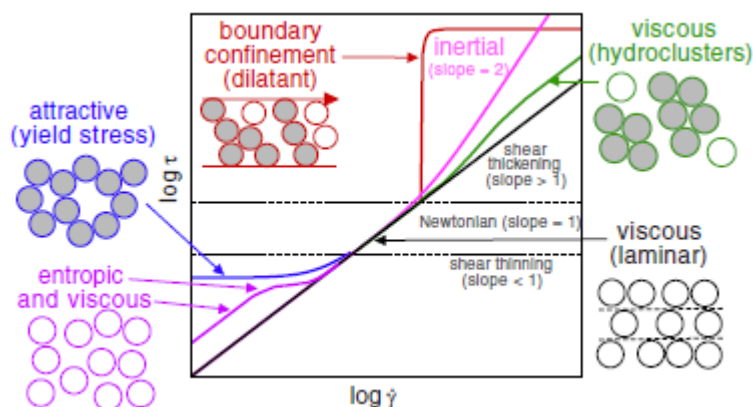


Figura 3. 4 Efecto de la velocidad de cizalla en la tensión tangencial. [15]

En estos casos se dice que pasamos de un comportamiento dilatante continuo a uno discontinuo con un empaquetamiento creciente. El DST muestra la variación

de la viscosidad más intensa entre cualquier tipo de fluido dilatante. En las mezclas comunes que podemos observar este comportamiento son el almidón de maíz en agua, soluciones de micelares, etc. La fase DTS tiene su inicio en el esfuerzo cortante crítico o mínimo ( $\tau_c$ ) que es independiente de  $\phi$ , y suele ocurrir en un rango muy bien definido de tensiones tangenciales. Una vez alcanzado su máxima tensión o la viscosidad máxima, el régimen dilatante termina en  $\tau_{max}$  ó  $\eta_{max}$ . Más allá de estos valores observamos un comportamiento reofluidizante, distorsiones y/o rotura de los hydroclusters formados anteriormente.

El salto en la viscosidad o en la tensión de cizalla suele ser observado en un rango del factor de empaquetamiento crítico que se encuentra en torno a  $\phi_c \approx 0,6$  para partículas prácticamente esféricas. Este número de empaquetamiento crítico corresponde a la transición de bloqueo, por encima del cual el sistema estudiado tiene un límite elástico como un sólido. Este valor puede variar con las formas de las partículas y las propiedades diversas de estas partículas.

Para distinguir los diferentes tipos de fluidos dilatantes se utiliza la ley de la potencia para obtener  $\tau$  y  $n$

$$\tau = k \cdot (\dot{\gamma})^n \quad (3.4)$$

Como se ha visto anteriormente, un fluido newtoniano corresponde a  $n = 1$ . Los efectos inerciales corresponden a  $n = 2$  en el límite de velocidades altas, independientemente de la fracción de empaquetamiento. Los fluidos que presentan un comportamiento discontinuo se caracterizan por una  $n$  alta que tiende al infinito según el factor de empaquetamiento crítico que alcance. En cambio, los que presentan un comportamiento continuo se caracterizan normalmente por una  $n$  poco mayor de 1, tendiendo a 1 cuando  $\phi$  tiende a 0.

No se produce una transición brusca entre ambos comportamientos ( $n$  aumenta continuamente con la fracción de empaquetamiento), es decir, desde un comportamiento continuo va evolucionando hacia el comportamiento discontinuo según se aumenta la fracción de empaquetamiento.

En la práctica hacemos esta clasificación:

$n \geq 2$  . Para sistemas discontinuos.

$1 < n \leq 2$ . Para sistemas continuos

### 3.3 PARÁMETROS DE CONTROL

La viscosidad en los fluidos dilatantes se ve influenciada por parámetros como la fracción de volumen sólido, el tamaño de partícula, la distribución del tamaño de partículas, la interacción entre las partículas y la viscosidad del medio [16].

### 3.3.1 Fracción de volumen sólido

Para empezar, la fracción de volumen sólido es la fracción sobre el volumen total ocupada por partículas, y se representa como  $\phi$ , como se ha visto antes, conocido también como *factor de empaquetamiento*. Se considera el factor más importante para la dilatancia [13]. En la figura 3.5 podemos observar la importancia de la tasa de empaquetamiento para el comportamiento dilatante, variando desde  $\phi = 0.05$  a  $\phi = 0.4$ .

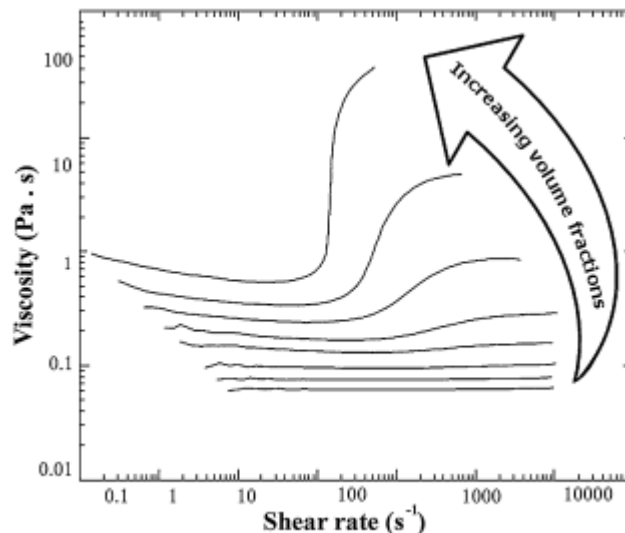


Figura 3. 5 Variación de la viscosidad en función de la tasa de empaquetamiento [10]

En las investigaciones realizadas por Barnes, descubrió que si  $\phi$  tenía un valor de 0,5, el comportamiento cambiaba drásticamente con pequeñas variaciones de la tasa de corte [20]. Aumentando el factor de empaquetamiento se disminuye la tensión de corte crítica (cuando se empieza a producir el comportamiento dilatante). En la figura 3.5 podemos observar como la viscosidad aumenta más rápidamente con el aumento de  $\phi$ , tras haber tenido un comportamiento reofluidizante en el inicio.

Con un factor de empaquetamiento mayor, en la suspensión aumenta la probabilidad de que las partículas choquen entre ellas y formen “hydrocluster” que como se vio en el punto 3.1.2, dificultan el movimiento y nos generan el aumento de la viscosidad, es decir, la zona donde se produce la dilatancia.

### 3.3.2 Tamaño de partícula

En 2001, Maranzano y Wagner [21] realizaron estudios de los efectos del tamaño de la partícula en el espesamiento del fluido (zona de dilatancia) a causa del cizallamiento producido en las esferas que se encuentran dispersas. Se demostró que, a medida que se incrementa el tamaño de la partícula disminuye la velocidad de cizalla crítica. Para el estudio de estos fluidos, lo que se hace es medir el tamaño de partícula y determinar la velocidad de corte crítica [13].

Lo sucedido es que las partículas cuando más pequeñas sean, necesitamos más velocidad para que inicien a formarse aglomeraciones ya que no chocan tan



fácilmente entre ellas como pueden hacerlo las de mayor tamaño, es decir, a medida que se incrementa el tamaño de partícula, disminuye la velocidad de corte crítica.

### 3.3.3 Forma de la partícula

La forma de las partículas que constituyen el fluido tiene un efecto muy importante en el comportamiento dilatante ya que lo hacen cambiar significativamente. Se ha observado que el aumento de viscosidad en partículas alargadas o en forma de varillas es mucho mayor que en el caso de partículas esféricas o granulares. Cuanto más largas son las partículas el comportamiento dilatante se consigue en fracciones de empaquetamientos menores. [13, 18]. En la figura 3.6 se puede observar como la forma afecta en el aumento de la viscosidad.

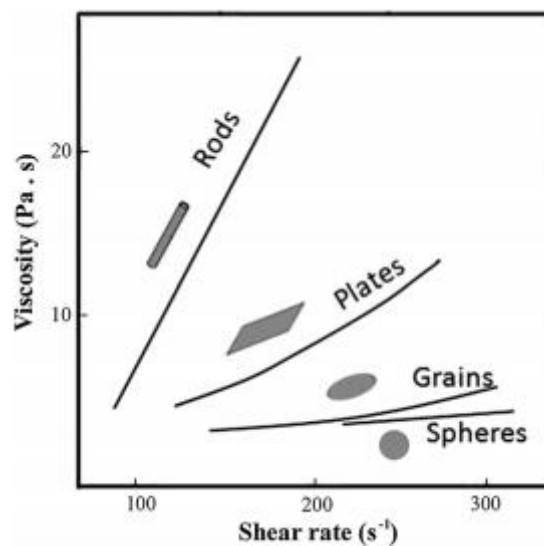


Figura 3. 6 Viscosidad en función de la velocidad de cizalla dependiendo de la forma de las partículas [10]

Partiendo de las teorías de agrupamientos de las partículas, en mucho más sencillo que las partículas más alargadas tengan una probabilidad mucho más alta de chocar entre ellas y por ello formar grupos lo que produce un aumento drástico de la viscosidad.

### 3.3.4 Distribución del tamaño de las partículas

La distribución del tamaño de la partícula tiene también un efecto significativo junto al resto de parámetros. Se observó que una distribución amplia del tamaño de la partícula lleva a aumentar la velocidad crítica de corte. Es importante saber, que la eliminación de las partículas más pequeñas de la suspensión hace que el comportamiento dilatantes se produzca a velocidades de cizallamiento más grandes.

### 3.3.5 Interacción entre partículas

La interacción entre partículas es muy importante en las dispersiones coloidales para la predicción de su comportamiento reológico. La estabilidad de estas dispersiones se rige por el equilibrio de fuerzas en la interacción entre partículas. Estas interacciones se dan debido a fuerzas como las atracciones de van del Waals, y acaban determinando también el comportamiento microestructural de las dispersiones [16].

En los fluidos “non flocculated”, es decir, que no hay atracción general entre las partículas, tienen un efecto dilatante. Por el contrario, los fluidos donde existe atracción en las partículas (“flocculated”) a tasas de altas velocidades de deformación muestran un comportamiento reofluidizante.

Si se busca ver un efecto de dilatancia, las partículas deben ser neutras o repelerse electrostáticamente, entrópicamente o estéricamente.

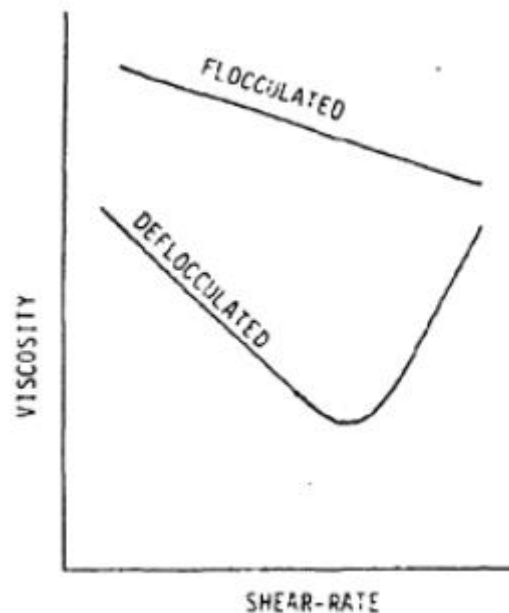


Figura 3. 7 Dependencia de la atracción entre las partículas en la viscosidad [16]

### 3.3.6 Viscosidad del medio

En las suspensiones que estamos estudiando la viscosidad global a lo que se conoce como  $\eta$  es prácticamente siempre una función directa de la fase continua, llamada  $\eta_c$ .

Partiendo de condiciones iguales, duplicar la viscosidad de la fase continua implica un aumento del doble en la suspensión. Es un efecto que se debe tener en cuenta sobre todo cuando se considera el efecto de la temperatura en viscosidad de la suspensión, ya que es muy probable que el efecto se deba únicamente al cambio de la viscosidad de la fase continua.

Además del efecto de la viscosidad se debe tener en cuenta que el cambio de una fase continua por otra puede cambiar el grado de interacción entre las partículas. De esta forma puede producirse un aumento del tamaño de la partícula debido a la interacción entre las partículas o debido a las propiedades solventes de la fase, se podría producir un hinchamiento en las partículas suspendidas. Esto genera partículas de mayor tamaño y el volumen de fase aumenta, lo que conlleva un aumento del comportamiento dilatante. [18]

### 3.3.7 Otros

Otros parámetros como la dureza de las partículas y la temperatura del fluido influyen en el comportamiento dilatante que encontramos. Por ejemplo, las nano partículas de sílica debido a la dureza que presentan tienen mejor comportamiento dilatante que otras [13].

Por otra parte, se tiene que la velocidad crítica de corte y la viscosidad se ven afectadas por la temperatura [19]. Al aumentar la temperatura las fuerzas brownianas aumentan ya que con el aumento de temperatura se incrementa la energía cinética y por ello no se alcanza el mismo orden entre interparticulares e hidrodinámicas y el comportamiento dilatante descende según aumentamos la temperatura.

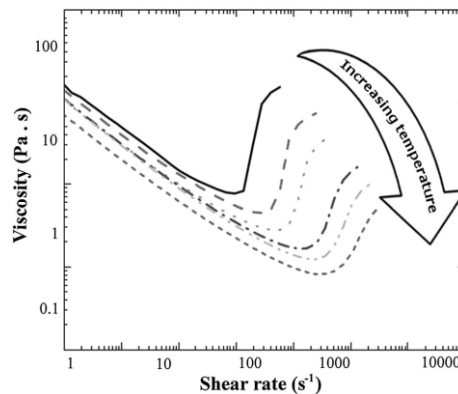


Figura 3. 8 Viscosidad respecto a velocidad de deformación, en función de la temperatura. [10]

## 3.4 MATERIALES UTILIZADOS

Para comenzar podemos tener dos sistemas diferentes que son fluidos dilatantes basados en partículas y fluidos dilatantes no basados en partículas [16, 17,18].

### 3.4.1 Fluidos dilatantes basados en partículas.

Un fluido de este tipo se compone de un líquido conductor como medio de dispersión y partículas coloidales rígidas como fase dispersa. Las partículas suelen ser de nano sílica, fumed sílica, óxido de titanio, carbonato de calcio WETZEL 2010, almidón de maíz, varios minerales naturales o de síntesis, polímeros o una mezcla de estos.

Por otro lado, se han realizado numerosos estudios para saber que fluidos pueden ser transportadores, y algunos de ellos serían el agua, etilenglicol (EG), polietilenglicol (PEG), poli propilenoglicol (PPG), glicerol. Los más utilizados son el PEG y el PPG ya que combinan estabilidad, un alto punto de ebullición, polaridad, y propiedades no inflamables. El tamaño de las partículas de los STF se encuentra entre 1 *nm* a 1000 *nm*.

### 3.4.2 Fluidos dilatantes no basados en partículas.

Podemos encontrar otro tipo de fluido dilatante que son aquellos que no están basados en partículas, sino en la movilidad segmentaria de los polímeros amorfos y la transición vítrea. Como todos los polímeros amorfos, en el momento de transición vítrea, se producirá dilatación, es decir, aumento de viscosidad y de tensión de cizalla. Las partículas tienen un enlace físico intermitente a velocidades bajas, en cambio cuando se aumenta la velocidad permanecen fijas y produce el comportamiento de sólido. Dos ejemplos son el poli (alcohol vinílico) y el polidimetilsiloxano.

## 3.5 APLICACIONES ACTUALES

Debido a la naturaleza de estos fluidos, estas mezclas se centran en la aplicación de ingeniería, en particular donde haya vibraciones y/o choques para la reducción de estas en sistemas mecánicos. En los fluidos dilatantes, debido a su comportamiento espesante cuando aumentamos las cargas se produce una relación alta entre la rigidez/amortiguación y la capacidad de absorción de energía. Se afirma que el comportamiento de dilatación no puede darse por debajo del punto velocidad de cizalla crítico, aunque tengamos altas frecuencias, por lo tanto, en algunas aplicaciones tenemos una amortiguación gradual. En algunos elementos estructurales se están estudiando la implementación de los STF, ya que mejoran el comportamiento a flexión que se produce debido a vibraciones en el sistema y/o cambios de frecuencia, proporcionando una amortiguación respecto a la vibración y aumentando la frecuencia de resonancia. Debido a esto, son una posibilidad para la ingeniería civil en la construcción de edificios y puentes, para protegerlos de sismos. Centrándose en la amortiguación de vibraciones también podría tener futuro en la ingeniería mecánica, en aplicaciones donde se produce una gran disipación de energía [18,22].

El comportamiento que presentan los fluidos dilatantes, que debido a una alta velocidad de cizallamiento se comportan como sólidos, se puede emplear en sistemas de protección para motos o cascos en bicicletas. Se está estudiando en utilizarlo en las gafas para aplicaciones deportivas. Se ha probado en sustituir las correas de las gafas por tiras de STF que protejan de golpes sucesivos que puedan llevar a una lesión. En la actualidad, se encuentra la empresa Leatt que utiliza un fluido dilatante, al que se denomina Armourgel, para realizar protecciones para bicicletas como rodilleras, coderas... Son las protecciones más ligeras que encontramos en el mercado y debido a la gran investigación que lleva este material el precio es bastante elevado [23].

El laboratorio d30 (Reino Unido) está investigando este fluido en mucha profundidad y lo está implantando en los deportes, el motociclismo, en el sector industrial con

protecciones para los operarios que llevan la construcción, en la defensa como se ha visto anteriormente y en la electrónica para la protección de los aparatos [24].

Por otro lado, podemos encontrar en aplicaciones médicas, protegiendo las articulaciones, restringiendo el movimiento brusco que provoquen una aceleración alta como por ejemplo en codos, rodillas, cadera, etc.

Una característica muy notable de estos fluidos es la resistencia al impacto que permite utilizarlos como revestimientos protectores para defensa.

Los fluidos STFs tienen un gran número de aplicaciones en la industria. Las tres aplicaciones más desarrolladas en la actualidad son los dispositivos con rigidez adaptable y amortiguación, estructuras inteligentes y como armadura corporal, que ahora desarrollaremos un poco más en detalle. [17]

### 3.5.1 Dispositivos con rigidez adaptable y amortiguación.

El uso de un STF como un amortiguador viscoelástico tiene la idea básica de obtener una rigidez adaptativa y una amortiguación. Cuando lo sometemos a una velocidad de cizallamiento predeterminada, el comportamiento dilatante experimentará un crecimiento drástico en la viscosidad y el esfuerzo cortante. Por ejemplo, un amortiguador viscoelástico, lleno de un fluido dilatante, podría controlar la vibración de una estructura, un tanque o una tubería, causada por el viento o un terremoto, al mismo tiempo que proporciona fuerzas de reacción mínimas cuando la estructura se desplaza lentamente debido a la deformación térmica de él mismo u otro en contacto con él.

### 3.5.2 Estructuras inteligentes “Smart Structures”

Se han desarrollado muchos estudios acerca de las estructuras inteligentes y dispositivos basados en STFs para aplicaciones industriales.

Se desarrolló un método para reducir el daño de los equipos de fondo de pozo, donde el STF se utilizó para apretar en la “controlled pulse fracturing (CPF)”. El material se volvería más viscoso y más resistente al flujo de la tubería a altas velocidades generadas por el motor. De esta forma se ralentizaría o en su defecto detendría el movimiento ascendente y de esta forma se disminuiría el daño al equipo.

Otro método que se ha estado desarrollando es para estructuras compuestas con una rigidez y una amortiguación, introduciendo un STF entre los dos elementos que pertenecen a la misma estructura y se mueven entre sí. Esta estructura compuesta podría tener aplicaciones diversas como en equipos deportivos, aeroespaciales, aeronáuticos, bienes de consumo o cualquier campo donde sea necesario adaptar las propiedades dinámicas, en cambio los investigadores Fischer y Helber se centraron en la aplicación de los STF en sistemas de montaje para maquinaria industrial.

Como se ha explicado en la introducción de las aplicaciones de los STF, se ha desarrollado para el uso en la medicina con la función impedir los movimientos bruscos debidos a una aceleración que pudiera dañar la articulación, de esta forma se reduciría posibles lesiones en los pacientes que estén en fase de

recuperación. Dentro del campo de la medicina se utilizó también para prendas quirúrgicas como batas, guantes, máscaras, y productos de cuidado de heridas. La prenda se recubría la primera y la última capa con STF con la finalidad de evitar accidentes con los utensilios punzantes.

En algunas zonas de España, se está poniendo a prueba los badenes inteligentes, que consisten en badenes rellenos de un fluido dilatante el cual si circulamos a la velocidad debida apenas sentiremos en el coche, pero si estamos conduciendo a una velocidad superior se endurecerá y se notará el bache para hacer frenar al conductor. Con este tipo de badenes se podrían evitar los daños que se causan a los vehículos aquellos que no siguen la normativa, que por desgracia, son un gran número en la actualidad. Esta noticia se publicó a través de antena 3 y se puede ver en el siguiente link [25].

### 3.5.3 Armadura corporal

Una de las aplicaciones más esperada es la utilización de los STF para ropa de protección. A lo largo del tiempo los sistemas de protección han sido adecuados para proteger sin dificultar la realización de las tareas del usuario, pero no pueden proporcionar protección a todo el cuerpo debido al volumen y a la rigidez de los materiales. La nueva protección líquida basada en STF muestra una mejor protección y una gran flexibilidad.

Para fabricar la protección corporal líquida prácticamente todos los métodos estudiados siguen el mismo procedimiento. Primero se diluye el STF en etanol, introducimos el Kevlar en esta disolución hasta que se satura, y por último se coloca en un horno para evaporar el etanol libre. De esta forma las fibras de Kevlar mantienen el fluido lleno de partículas. Cuando un objeto golpea o apuñala este Kevlar impregnado, el fluido se endurece inmediatamente, haciendo que sea más eficiente. El proceso ocurre en milisegundos y poco después del impacto la armadura se vuelve flexible de nuevo.

Aunque se han visto resultados muy prometedores para la protección y la flexibilidad, las aplicaciones para la protección corporal todavía tienen algunos inconvenientes. Estos inconvenientes incluyen la evaporación, la sensibilidad a la humedad que afecta a la comodidad de la ropa. Prácticamente todas, se han realizado la sumersión de un medio poroso o fibroso en un STF, pero las fibras impregnadas tienen una desventaja, cuando el STF se expone a los elementos, el rendimiento de la tela disminuye debido a la evaporación y a la fuga del STF.

Las investigaciones de estas telas novedosas son particularmente para la protección balística, de punción y de explosión para militares y policía, siempre teniendo en cuenta que debe ser cómodo para la movilidad, mostrar una protección sólida, y tener una permeabilidad lo suficientemente alta al aire y la humedad.

# CÁPITULO 4: TÉCNICAS DE MEDICIÓN EN REÓMETRO

---

En este capítulo se verá una introducción a los reómetros, para saber su utilidad. Se explicarán los tipos de señales que se pueden aplicar al reómetro y que tipo de reómetros se encuentran. Para finalizar se estudiarán los tipos de ensayo dependiendo de la amplitud de la señal de entrada, SAOS y LAOS.

## 4.1 INTRODUCCIÓN A LOS REÓMETROS

Un reómetro es un instrumento que permite medir la viscosidad y la viscoelasticidad de fluidos, semi-fluidos y sólidos. La viscosidad es la resistencia que ofrece a deformarse en función de la velocidad o tensión de deformación, tiempo y la temperatura. En cambio, en la viscoelasticidad se encuentran parámetros como  $G'$ ,  $G''$ ,  $\tan \delta$  respecto al tiempo, la temperatura, la frecuencia y la velocidad o tensión de deformación [20].

Se encuentran dos tipos de reómetros:

- Se produce un par (fuerza) y después se mide el desplazamiento angular (deformación)
- El otro caso es, producir un desplazamiento angular (deformación) y medir el par producido (fuerza)

En un reómetro rotacional u oscilatorio se aplicará una señal de entrada y/o mediremos el par (la fuerza), el desplazamiento angular o la velocidad angular.

Se comenzará con el cálculo de la tensión, la cual se calcula a partir del par:

$$\sigma = M \times K_{\sigma} \quad (4.1)$$

Donde  $\sigma$  es la tensión (Pa),  $M$  es el par (M m) y  $K_{\sigma}$  es la constante de la tensión (un factor geométrico).

Por otro lado, se tiene que calcular la deformación angular que será lo que nos permita saber la deformación, y se hace de la siguiente forma:

$$\gamma = K_{\gamma} \times \theta \quad (4.2)$$

Donde  $\gamma$  es la deformación producida,  $\theta$  es el ángulo que ha girado el motor (radianes) y  $K_{\gamma}$  es la constante de deformación siendo esta un factor geométrico.

Con estas dos fórmulas se define el parámetro reológico  $G$  conocido como "Modulus":

$$G = \frac{\sigma}{\gamma} = \frac{M \times K_{\sigma}}{\theta \times K_{\gamma}} \quad (4.3)$$

Por último, teniendo en cuenta la velocidad angular, se obtiene:

$$\dot{\gamma} = K_{\gamma} \times \Omega \quad (4.4)$$

Donde  $\dot{\gamma}$  es la velocidad de cizalla ( $s^{-1}$ ),  $K_{\gamma}$  es la constante de deformación y  $\Omega$  es la velocidad angular del motor (rad/seg)

Con esta fórmula se puede desarrollar la viscosidad aparente en función de los parámetros del par y la velocidad de rotación del motor. La ecuación de la viscosidad que se obtendría sería la siguiente:



$$\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} = \frac{M \times K_{\sigma}}{\Omega \times K_{\gamma}} \quad (4.5)$$

Los reómetros pueden realizar diferentes tipos de ensayos, dependiendo de la señal que le introduzcamos. Nos vamos a centrar en los dos tipos de señales que podemos observar en la figura 4.1: una tensión escalonada para ensayos rotacionales y una señal sinusoidal para ensayos oscilatorios.

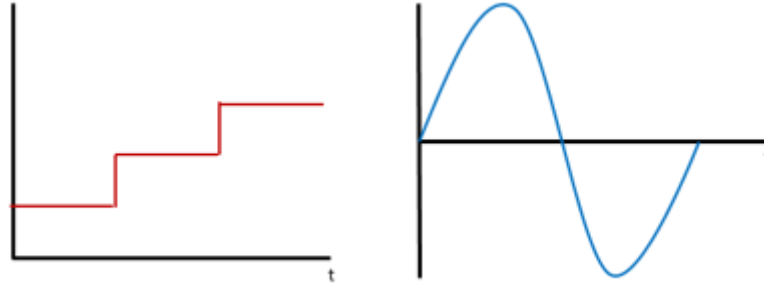


Figura 4. 1 Señas escalonada y señal oscilatoria respectivamente

## 4.2 HISTORIA DE REÓMETROS

En el siglo XIX, se llamaba reómetro al aparato que se utilizaba para medir la corriente eléctrica, hasta que se reemplazó por un *galvanometer*. También sus primeros usos eran para medir el flujo de líquidos, en la medicina (el flujo de la sangre) y en la ingeniería civil (el flujo del agua). Este segundo uso se mantuvo hasta el siglo XX en algunas áreas, pero poco a poco ha ido desapareciendo [27].

En 1888, Couette diseñó el primer reómetro, que como veremos posteriormente es de cilindros concéntricos. Poco a poco la necesidad de estudiar las propiedades de los fluidos ha ido en aumento y eso ha hecho que se diseñen muchos tipos de reómetros en función del tipo de fluido que se busque estudiar.

En la actualidad nos encontramos con una gran gama de reómetros:

- Capilares: uno de los más conocidos es el de cilindro pistón.
- Rotacionales: como veremos en los siguientes apartados.
- Magneto reómetro.
- Reómetro magnético de esfera levitada.
- Reómetro de extrusión de plato deslizante.
- Reómetro extensional.

Este trabajo se proyectará en los reómetros que pueden funcionar como reómetros rotacionales y oscilatorios en función de la en función de la geometría utilizada como veremos en el punto 4.3.

### 4.3 TIPOS DE GEOMETRÍAS EN LOS REÓMETROS

Los reómetros son máquinas que se utilizan para el cálculo de las propiedades reológicas de los fluidos. Se realizan con diferentes formas geométricas en función de qué tipo de fluido se quiera ensayar. Algunos ejemplos son los reómetros de cilindros concéntricos, de platos paralelos, de cono-plano y de torsión rectangular. Para el desarrollo de este punto, el trabajo se ha centrado en los artículos [9], [20].

Los reómetros de cilindros concéntricos, de cono-plato y de platos paralelos pueden operar a velocidad angular constante y/o en modo oscilatorio (dinámico). La mayoría de las veces, se busca controlar el gradiente de cizallamiento, aunque en algunas ocasiones es necesario controlar el esfuerzo de cizalladura.

#### 4.3.1 Cilindros concéntricos

El reómetro rotacional de cilindros concéntricos fue de los primeros en diseñarse, y lo desarrolló Couette en 1888. Debido a ello al flujo que se produce entre ambos cilindros se denomina *Flujo de Couette*. Constan de un cilindro macizo interior conocido también como “*bob*” y un cilindro hueco exterior conocido como “*cup*”. Podemos ver un ejemplo en la figura 4.2.



Figura 4. 2: a) Esquema de un reómetro de cilindros concéntricos [20] y b) reómetro de cilindros concéntricos real [33]

Como se ha visto en el punto 4.1, para realizar el cálculo de tensión, deformación, Modulus (G), viscosidad aparente, necesitamos los coeficientes geométricos. Los coeficientes son los siguientes:

$$K_{\sigma} = \frac{1}{4\pi l} \left( \frac{r_1^2 + r_2^2}{r_1^2 r_2^2} \right) \quad (4.5)$$

$$K_{\gamma} = \frac{r_1^2 + r_2^2}{r_1^2 r_2^2} \quad (4.6)$$

Donde  $l$  se conoce como longitud Bob, que es la longitud del cilindro macizo interior como podemos observar en la figura 4.2(a).

Los reómetros de cilindros concéntricos se utilizan para fluidos de bajas o medias viscosidades ( $< 10 \text{ mPas}$ ), para dispersiones inestables o lodos, para disminuir la evaporación en muestras con estructuras débiles, y por último para altas tasas de cizallamiento. Una ventaja que encontramos en el Reómetro de Couette o cilindros concéntricos es la capacidad de ensayar una muestra de un alto volumen.

Dentro de los reómetros de cilindros concéntricos se encuentran los de doble pared, como se puede ver en la figura 4.3. Los reómetros de doble pared se utilizan para casos donde las viscosidades de los fluidos son muy bajas ( $< 1 \text{ mPas}$ ). Las constantes geométricas para los reómetros de doble pared son las siguientes:

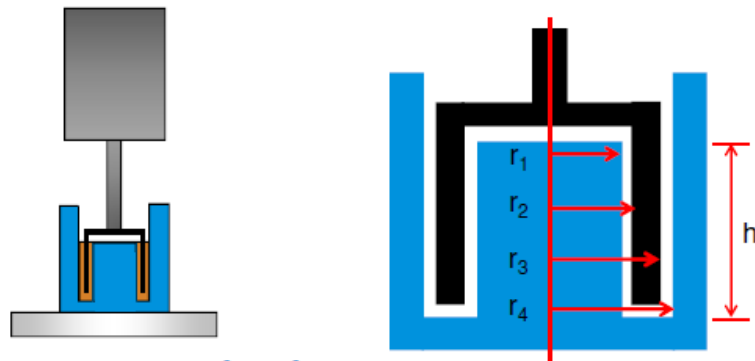


Figura 4. 3 Esquema de un reómetro de pared doble [20]

$$K_{\sigma} = \frac{1}{4\pi h r_2^2} \left( \frac{r_1^2 + r_2^2}{r_1^2 + r_3^2} \right) \quad (4.7)$$

$$K_{\gamma} = \frac{r_1^2 + r_2^2}{r_2^2 - r_1^2} \quad (4.8)$$

La principal dificultad del reómetro de doble pared es la complicación que se encuentra a la hora de proceder a la limpieza.

#### 4.3.2 Placas paralelas

En los reómetros de placas paralelas el fluido se encuentra entre dos placas como se puede observar en la figura 4.4 (a). La placa superior es móvil como se ve en la figura 4.4 (b) y en cambio la inferior permanece fija, esto significa que el fluido más cercano a la placa superior poseerá mayor velocidad, es decir, el cizallamiento se produce de abajo a arriba debido a que el fluido inferior está parado.

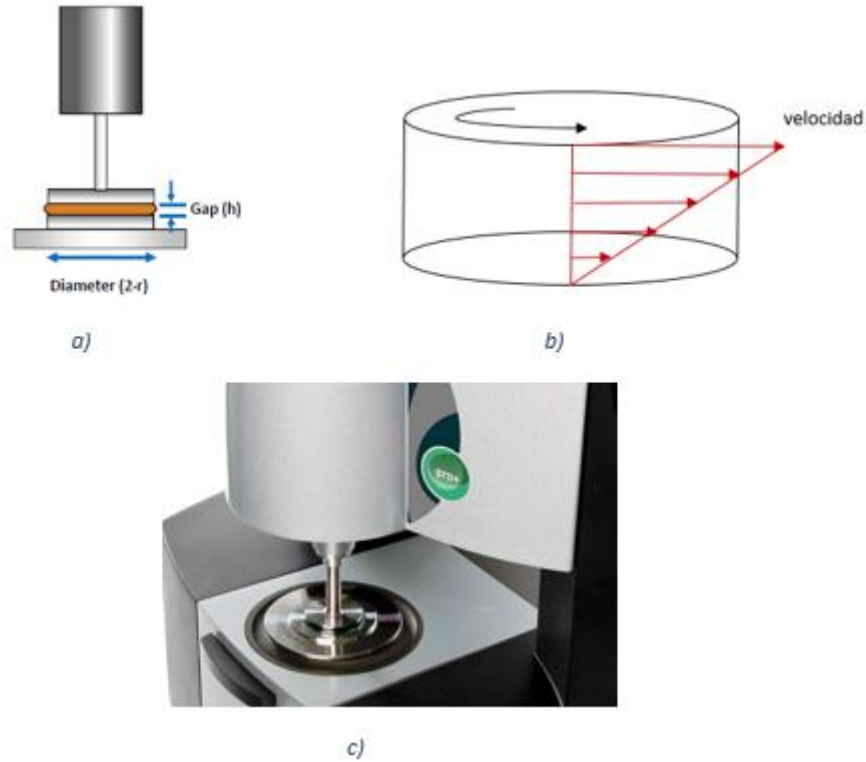


Figura 4. 4 a) Esquema de un reómetro de placas paralelas [20], b) esquema del gradiente de velocidad y c) Imagen real de un reómetro de placas paralelas [34].

En los fluidos que sean ensayados mediante los reómetros de placas paralelas se puede fijar el valor  $h$ , o también conocido como GAP, siendo la altura del fluido ensayado.

Como se ha visto anteriormente para poder calcular la tensión, la deformación, la viscosidad, el modulus, necesitamos conocer las constantes geométricas que son las siguientes:

$$K_{\sigma} = \frac{2}{\pi r^3} \quad (4.9)$$

$$K_{\gamma} = \frac{r}{h} \quad (4.10)$$

Los reómetros de placas paralelas se utilizan para fluidos con una viscosidad baja, media o alta ( $\geq 10 \text{ mPas}$ ) y para sólidos o geles blandos. Por otro lado, se usan para ensayar materiales que sean termoendurecibles, muestras con partículas grandes y muestras con un tiempo de relajación largo. Si lo que se busca es la realización de una rampa de temperatura o barridos, los reómetros de placas paralelas facilitan el estudio siempre y cuando el fluido ensayado pueda deslizarse con facilidad.

Las ventajas que se encuentran en los reómetros de placas paralelas es la facilidad de limpieza y la posibilidad de ensayar muestras muy pequeñas

obteniendo resultados altamente fiables. Como desventaja se encuentra el gradiente de corte que se produce en la muestra.

Conociendo las constantes geométricas podemos calcular la tasa de corte, la deformación y la velocidad de deformación. Operando obtendríamos lo siguiente:

$$\sigma = K_{\sigma} \cdot M = \frac{2}{\pi r^3} \cdot M \quad (4.11)$$

En la fórmula 4.11 podemos observar que cuanto mayor sea el radio que utilicemos menor será la tensión producida en el ensayo.

$$\dot{\gamma} = K_{\gamma} \cdot \Omega = \frac{r}{h} \cdot \Omega \quad (4.12)$$

En el caso de la velocidad de deformación se puede ver en la fórmula 4.12 que si se mantuviera constante el radio del plato utilizado y variamos la altura del fluido ensayado (GAP) la velocidad también lo hace. Si disminuimos el GAP aumenta la velocidad de cizalla.

Si se observa de nuevo la imagen 4.4(a) se puede ver como la altura del fluido siempre se mantiene constante. Por otro lado, tenemos una placa que gira con la que se produce una deformación en el fluido, lo que significa que la deformación no es constante, es decir, el arco deformado es mayor según se produce acercamiento a los extremos, siendo la deformación máxima cuando  $x=R$ , es decir, en los extremos de la placa. Con lo que obtenemos:

$$\gamma = \frac{dx}{h} \quad (4.13)$$

### 4.3.3 Placa-cono

Los reómetros de tipo cono-placa, se basan en tener un espacio formado entre el cono y la placa donde se introduce el fluido para proceder a su ensayo, como se puede observar en la figura 4.5. La placa y el cono forman un ángulo al que se denomina  $\beta$  y debe ser inferior a 4 grados, ya que si se realizara superior los cálculos se harían muy complicados y de forma diferente a la que se va a desarrollar en este punto. El cono gira con una velocidad angular  $\Omega$  lo que provoca un movimiento de rotación en el fluido, donde el fluido sobre las paredes del cono poseerá una velocidad mayor como se puede observar en la figura 4.6.

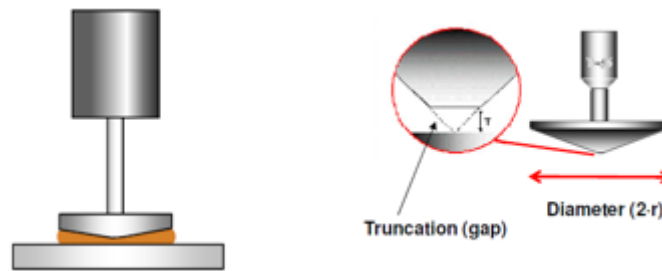


Figura 4. 5 Esquema de un reómetro de plato-cono [20]

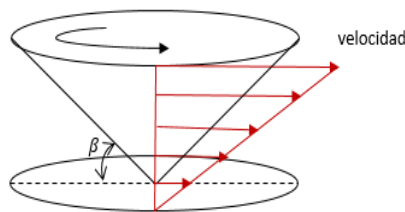


Figura 4. 6 Esquema del gradiente de velocidad en un reómetro plato-cono



Figura 4. 7 Imagen de un reómetro plato-cono [33]

En la segunda imagen de la figura 4.5 se puede ver lo que se denomina truncamiento, de esta forma conseguimos que la altura  $h$  del fluido nunca sea nula, porque si calculamos la deformación como hemos realizado en el reómetro de placas paralelas sería con la fórmula 4.13. En esta fórmula se observa que si nos situamos en el centro de la placa, es decir,  $x=0$  y no hubiese truncamiento ( $h=0$ ), obtendríamos una indeterminación  $0/0$ .

Como se ha visto el truncamiento y GAP son parámetros muy importantes a la hora de la realización del diseño. Los diseños más utilizados son para  $\beta = 1^\circ, 2^\circ, 4^\circ$ , y con ellos se debe conocer el GAP apropiado y el tamaño de partícula:

$$\text{Si } \beta = 1^\circ \rightarrow \text{GAP} \approx 20 - 30 \mu\text{m}$$

$$\text{Si } \beta = 2^\circ \rightarrow \text{GAP} \approx 60 \mu\text{m}$$

$$\text{Si } \beta = 4^\circ \rightarrow \text{GAP} \approx 120 \mu\text{m}$$

También se tiene en cuenta el tamaño de las partículas como se ha dicho con anterioridad:

$$GAP \geq 10 \cdot \text{tamaño de partícula}$$

A partir de la fórmula 4.8 se observa que según nos separamos del centro del cono (aumenta dx) también se produce un incremento en la altura del fluido (h) que se ensaya. En decir, esto significa que la deformación es uniforme y la velocidad de deformación pasa a ser constante.

Para poder realizar los cálculos necesarios, se necesita conocer las constantes geométricas de un reómetro cono-plato.

$$K_{\sigma} = \frac{3}{2\pi r^3} \quad (4.14)$$

$$K_{\gamma} = \frac{1}{\beta} \quad (4.15)$$

Conociendo las constantes geométricas podemos calcular la tasa de corte, la deformación y la velocidad de deformación. Operando obtendríamos lo siguiente:

$$\sigma = K_{\sigma} \cdot M = \frac{3}{2\pi r^3} \cdot M \quad (4.16)$$

En la fórmula 4.16 se observa que a mayor radio de placa utilizad, menor será la tensión producida en el ensayo.

$$\dot{\gamma} = K_{\gamma} \cdot \Omega = \frac{1}{\beta} \cdot \Omega \quad (4.17)$$

En la fórmula 4.17 se puede ver como aumentando el ángulo entre la placa y el cono, disminuye la velocidad de deformación.

En la utilización de los reómetros tipo placa-cono es muy importante que el llenado sea el adecuado, ya que, si nos encontramos por debajo, la contribución del par es muy pequeña, en cambio, si introducimos más de lo necesario la tensión aumenta al arrastre que se produce a lo largo de los bordes.

Se utilizan en fluidos con baja viscosidad a alta (> 10 mPas), para realizar mediciones donde la velocidad de corte sea elevada y para cuando se produce un crecimiento de la tensión. También se utilizan para la realización de pruebas isotérmicas.

Las mayores ventajas que se encuentran son la posible extracción del cono, es decir, la facilidad de limpieza y cambio de la muestra, el tamaño de la muestra puede ser muy pequeño, pero aun así con este tipo de reómetros se consiguen viscosidades reales de los fluidos ensayados. En cambio, no son apropiados para la realización de ensayos con rampa de temperatura.

#### 4.3.4 Torsión rectangular

Los reómetros de torsión rectangular se utilizan para ensayar polímeros sólidos y/o materiales compuestos. En la figura 4.8 podemos observar cómo funciona:

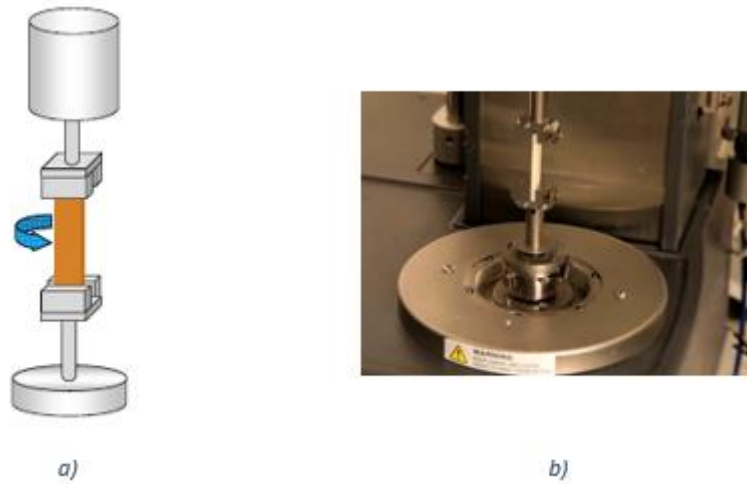


Figura 4. 8 a) Esquema de un reómetro de torsión circular [20] y b) imagen de un reómetro de torsión circular [35]

La forma del material ensayado puede ser cilíndrica o rectangular, el funcionamiento no cambia. Los parámetros que se encuentran son  $w$ =ancho,  $l$ =longitud y  $t$ =espesar, y con ello se procede al cálculo de las constantes geométricas:

$$K_{\sigma} = \frac{3 + \frac{1,8}{w}}{w \cdot t^2} \quad (4.18)$$

$$K_{\gamma} = \frac{t}{l \left[ 1 - 0,378 \cdot \left( \frac{t}{w} \right)^2 \right]} \quad (4.19)$$

Como en los reómetros anteriores, conociendo las constantes geométricas podemos calcular la tasa de corte, la deformación y la velocidad de deformación.

Las ventajas que encontramos en este tipo de reómetro son las siguientes: uso para muestras con módulos altos, para gradientes de temperatura muy pequeños y la facilidad de preparación. En cambio, sólo podemos utilizar la torsión para pequeñas deformaciones. Por otro lado, se pueden ensayar materiales en estado vidrioso y gomoso.

#### 4.4 ENSAYOS ROTACIONALES

Los reómetros rotacionales se basan en la resistencia a torsión que ejerce un fluido al giro de la parte móvil (diversas geometrías). El cilindro, plato o cono está acoplado a un motor que gira a las velocidades determinadas.

A partir de las medidas de la fuerza de torsión, de la velocidad de giro y de las características geométricas, el reómetro realiza los cálculos y ofrece una lectura de la viscosidad en centipoise o Pa s.



Al poder utilizar diferentes formas geométricas con diferentes tamaños y a diversas velocidades, proporcionan una alta capacidad de medida de la viscosidad. Para todos los fluidos de una viscosidad propia, la resistencia a fluir aumenta proporcionalmente con la velocidad de rotación del eje o del tamaño del mismo [3].

Los ensayos rotacionales tienen dos modelos de ensayos [24]:

- CSR (Controlled shear rate): Es un ensayo el parámetro controlado es la velocidad de deformación, y también se conoce como *CR test*. Es muy útil para fluidos que no tienen un límite elástico.
- CSS (Controlled shear stress): En este tipo de ensayo el parámetro controlado es la tensión o el par, también se le conoce únicamente como *CS test*. Es el método para determinar el punto de fluencia de una dispersión, pasta o gel. Al final, en la naturaleza todos los procesos de flujo están controlados por el esfuerzo. La fluencia siempre es la respuesta a una fuerza que actúa.

## 4.5 ENSAYOS OSCILATORIOS

En la actualidad las medidas mecánicas dinámicas u oscilatorias están teniendo un aumento de interés debido a que permiten caracterizar las propiedades viscosas y elásticas del material. En estos experimentos la deformación ( $\sigma$  o  $\gamma$ ) se aplica con una oscilación sinusoidal, y medimos la respuesta ( $\sigma$  o  $\gamma$ ). La respuesta se obtiene con un desfase  $\delta$  como se observa en la figura 4.9. El usuario define el esfuerzo o amplitud de tensión y la frecuencia a la que se va a realizar el ensayo. En la figura 4.10 se puede ver que cada vez que la tensión aplicada alcanza el valor de 0 el ensayo cambia de dirección.

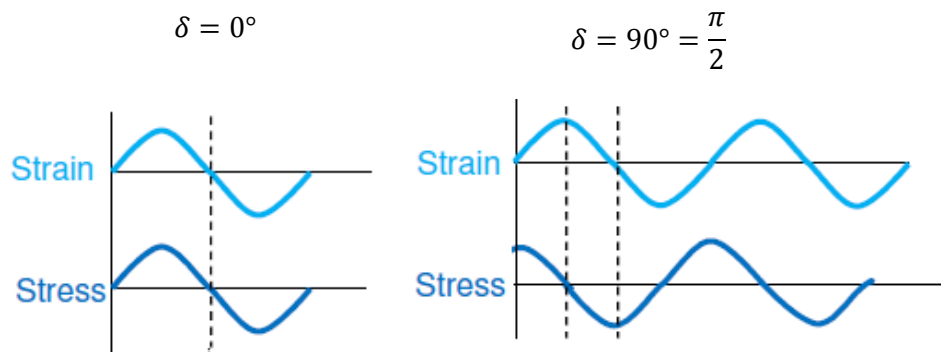


Figura 4. 9 Respuesta en función del tipo de material que ensayemos. Desfase 0 grados para un sólido hookeano y un desfase de 90 grados para un líquido newtoniano. [20]

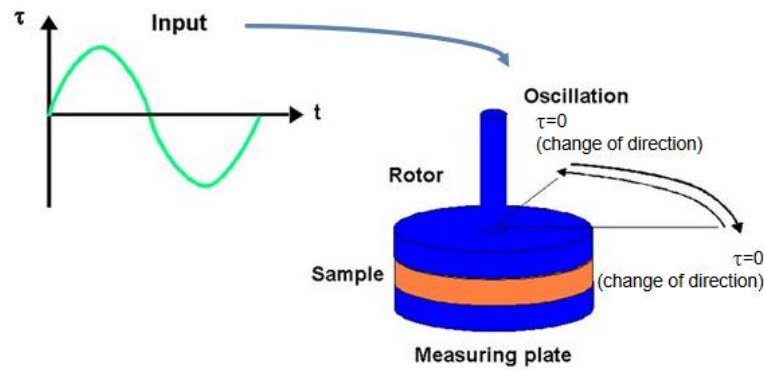


Figura 4. 10. Señal oscilatoria para los ensayos. [19]

Para el desarrollo de este punto, el proyecto se basa en la lectura de [7], [9], [20], [21].

Si se trabajase con un sólido hookeano obtendríamos una respuesta puramente elástica lo que se traduce como desfase nulo, en cambio sí se realizara con un líquido Newtoniano obtendríamos una respuesta puramente viscosa, lo que quiere decir que el desfase es de 90 grados, como se veía en la figura 4.9.

Los ensayos oscilatorios se utilizan para estudiar las respuestas de materiales viscoelásticos, donde el desfase es,  $0^\circ < \delta < 90^\circ$  como se ve en la figura 4.11.

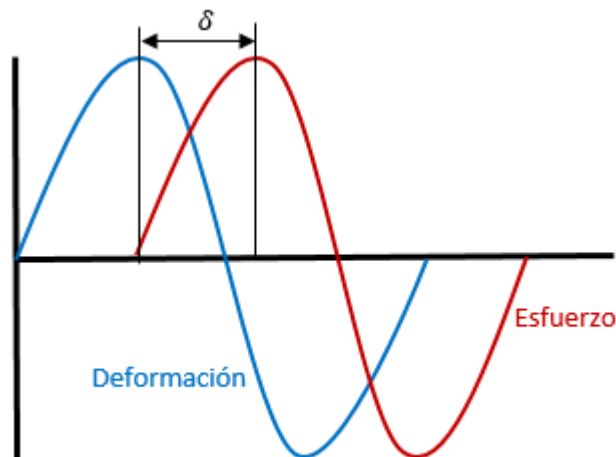


Figura 4. 11 Respuesta de un material viscoelástico, observando un desfase entre 0 y 90 grados.

Para poder trabajar con ensayos oscilatorios es necesario conocer las unidades de los parámetros:

- Frecuencia angular= radianes/segundo=  $2\pi f$
- Frecuencia= ciclos/segundo (Hz)

En la reología siempre se trabaja con rad/s, sabiendo que  $1 \text{ Hz} = 6,28 \text{ rad/s}$ .

La tensión y el esfuerzo se calculan a partir de la amplitud máxima de las ondas de desplazamiento y el par, respectivamente.

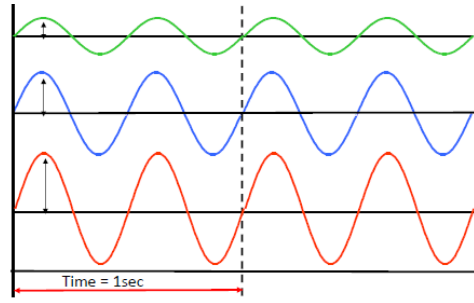


Figura 4. 12 Variación de la amplitud en función del ensayo realizado [20]

La fórmula de la deformación en un ensayo oscilatorio es la siguiente:

$$\gamma = \gamma_0 \sin \omega t \quad (4.20)$$

Donde  $\gamma_0$  es la amplitud de la deformación equivalente a la razón entre el diámetro y separación de las placas ( $L/h$ ) cuando el movimiento de la placa superior es  $L \sin \omega t$ ,  $\omega$  es la frecuencia angular (rad/s) y  $t$  es el tiempo (s).

El esfuerzo varía con la misma frecuencia  $\omega$  pero con un desfase  $\delta$  respecto a la deformación.

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (4.21)$$

En función de la amplitud que se introduzca en los ensayos oscilatorios encontramos dos tipos de ensayos; el ensayo SAOS y el LAOS.

Los ensayos oscilatorios son comúnmente utilizados para estudiar las propiedades reológicas de materiales blandos y fluidos complejos, los cuales pueden ser materiales fundidos y/o soluciones de polímeros, moléculas biológicas, suspensiones, emulsiones, etc. Si lo que buscamos es estudiar las propiedades lineales del fluido (LNV), el ensayo que se utiliza es el SAOS (small amplitude oscillatory shear) debido a la facilidad de aplicar los procesos operativos. Sin embargo, en prácticamente todos los ensayos las deformaciones suelen ser grandes y rápidas, por lo que las propiedades no lineales controlan la respuesta del sistema. Debido a esto, se requiere una caracterización completa de la muestra, y para ello se necesitan protocolos de prueba no lineales bien definidos, diversos a los anteriores. El interés por realizar pruebas de gran amplitud ha crecido, y se han denominado a este tipo de ensayo, LAOS (Large amplitude oscillatory shear), y de esta forma poder cuantificar el comportamiento viscoelástico no lineal en los fluidos complejos. Para ambos tipos de experimentos, es importante que el usuario seleccione intervalos de amplitud de deformación ( $\gamma_0$ ) y frecuencia ( $\omega$ ). Para empezar, los módulos viscoelásticos que hemos visto  $G'(\omega)$  y  $G''(\omega)$  se basan en que la respuesta que hemos obtenido es sinusoidal, es decir, lineal. La respuesta que obtenemos en el LAOS no es lineal, es decir, la curva que obtenemos no es una senoide perfecta, lo que conlleva a que los módulos viscoelásticos no puedan ser definidos de la misma forma, se necesitan otros métodos que se verán en el apartado 4.5.2.

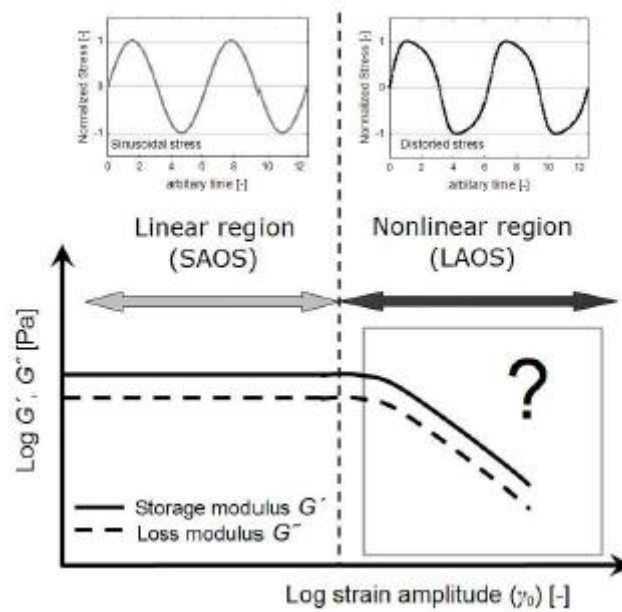


Figura 4. 13 Comportamiento del módulo  $G'$  y  $G''$  en función de la amplitud en el ensayo oscilatorio [21]

En la imagen 4.13 se contempla como en la región lineal los módulos  $G'$  y  $G''$  son constantes respecto a la amplitud, es decir, independientes, pero una vez que se sale de la zona lineal, los módulos  $G$  empiezan a tener una dependencia con la deformación, es decir, dejan de depender únicamente del tiempo como se verá más adelante en el ensayo LAOS.

#### 4.5.1 SAOS (small amplitude oscillatory shear)

Los ensayos oscilatorios de pequeña amplitud se realizan en amplitudes o deformaciones dentro del régimen viscoelástico lineal (LVE). Tras la aplicación de un esfuerzo o deformación sinusoidal de pequeña amplitud, la respuesta obtenida es sinusoidal (deformación o esfuerzo) y se separa en componentes elástico y viscoso [7].

Los ensayos se pueden hacer en tensión, compresión o cizalla. La maquinaria normalmente opera en deformación o tensión controlada. En nuestro caso, se desarrollará con una señal de entrada sinusoidal de deformación.

La señal introducida es la siguiente:

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t) \quad (4.22)$$

Obteniendo una respuesta (tensión) de forma también sinusoidal, pero con un desfase  $\delta$ :

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t + \delta) \quad (4.23)$$

Una vez conocida la ecuación de la tensión, se desarrollará con la siguiente ecuación trigonométrica:

$$\sin(\alpha + \beta) = \sin \alpha \cdot \cos \beta + \cos \alpha \cdot \sin \beta \quad (4.24)$$

Operando, se obtendría:

$$\sigma = \sigma_0(\sin \omega t \cdot \cos \delta + \cos \omega t \cdot \sin \delta) \quad (4.25)$$

Agrupando los valores se consigue:

$$\sigma = (\sigma_0 \cdot \cos \delta) \sin \omega t + (\sigma_0 \cdot \sin \delta) \cos \omega t \quad (4.26)$$

Y se puede reescribir de la siguiente forma:

$$\sigma = \gamma_0(G' \cdot \sin \omega t + G'' \cdot \cos \omega t) \quad (4.27)$$

En la ecuación 4.26 se puede ver con claridad como la primera parte se encuentra en fase con la deformación que introducimos, es decir, es proporcional a  $\sin \omega t$  (componente elástica) y la segunda parte se encuentra en fase con la velocidad de deformación, ya que,  $\dot{\gamma} = d\gamma/dt = \gamma_0 \omega \cos \omega t$ , y se percibe cómo es proporcional a  $\cos \omega t$  (componente viscosa). Donde:

- $G'$  es el módulo de almacenamiento o módulo elástico. Hace referencia a la capacidad elástica del material, es decir, a la energía almacenada.
- $G''$  es el módulo de pérdidas o el módulo viscoso. Hace referencia a la capacidad viscosa del material, es decir, la energía que disipa.

Ambos módulos son dependientes de la frecuencia como se observa en la fórmula 4.27. Se pueden calcular de la siguiente forma:

$$G' = \omega \int_0^{\infty} G(s) \sin \omega t \, ds \quad (4.28)$$

$$G'' = \omega \int_0^{\infty} G(s) \cos \omega t \, ds \quad (4.29)$$

Donde  $s = t - t'$  que indica el tiempo cuando se aplica nuestro ensayo.

Otra forma de poder calcularlo es utilizando la ecuación 4.26 y la 4.27, con la que se consigue lo siguiente:

$$\gamma_0 \cdot G' \cdot \sin \omega t = (\sigma_0 \cdot \cos \delta) \sin \omega t \quad (4.30)$$

Si se simplifica, se puede obtener el módulo de almacenamiento  $G'$ :

$$G' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cdot \cos \delta \quad (4.31)$$

Si se vuelve a realizar el proceso con el módulo de disipación  $G''$ :

$$\gamma_0 \cdot G'' \cdot \cos \omega t = (\sigma_0 \cdot \sin \delta) \cos \omega t \quad (4.32)$$

$$G'' = \frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cdot \sin \delta \quad (4.33)$$

Con estos dos módulos se define  $\tan \delta$ , denominada tangente de pérdidas y se expresa de la siguiente forma.

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} = \frac{\frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cdot \sin \delta}{\frac{\sigma_0}{\gamma_0} \cdot \cos \delta} = \frac{\sin \delta}{\cos \delta} \quad (4.34)$$

Donde el módulo de almacenamiento  $G'$  depende de  $\gamma(t)$  y el módulo de disipación depende de  $\dot{\gamma}(t)$ .

Siendo  $\delta$  el desfase entre esfuerzo y deformación, indica la relación entre la energía disipada y la almacenada por el material, es decir, de la viscoelasticidad del mismo.

Los datos que hemos calculado lo podemos expresar de forma compleja:

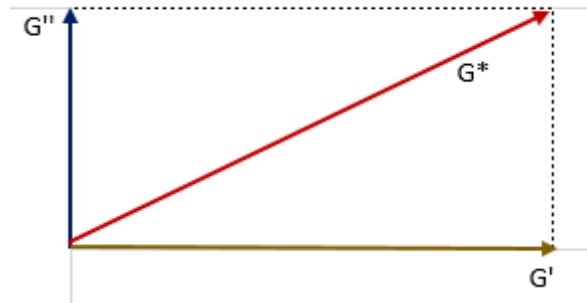


Figura 4. 14 Triángulo complejo de módulo elástico  $G'$  y módulo viscoso  $G''$

Donde el módulo elástico es la parte real y el módulo viscoso es la parte imaginaria, si se desarrolla se consigue lo siguiente:

$$G' + i G'' = G^* = \frac{\sigma^*}{\gamma^*} \quad (4.35)$$

El número complejo  $G^*$  es conocido como módulo complejo o dinámico y para poder conocer el módulo, se aplica Pitágoras en el triángulo rectángulo formado por las componentes.

$$|G^*| = \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad (4.36)$$

Sabiendo que  $i^2 = -1$  y  $i^{-1} = -i$  se puede calcular la viscosidad compleja que se expresa como:

$$\eta^* = \frac{G^*}{i \cdot \omega} = \frac{G' + i G''}{i \cdot \omega} = \frac{1}{\omega} \left( \frac{G'}{i} + G'' \right) = \frac{G''}{\omega} + \frac{G'}{\omega} i^{-1} = \frac{G''}{\omega} - i \frac{G'}{\omega} \quad (4.37)$$

Con el desarrollo se puede ver la parte imaginaria y la parte real de la viscosidad compleja. Son las siguientes:

$$\eta' = \frac{G''}{\omega} \quad (4.38)$$

$$\eta'' = \frac{G'}{\omega} \quad (4.39)$$

$$|\eta^*| = \sqrt{\eta'^2 + \eta''^2} \quad (4.40)$$

Partiendo de la ecuación 4.27  $\sigma = \gamma_0 (G' \cdot \sin \omega t + G'' \cdot \cos \omega t)$ , se pueden ver las dos componentes de la tensión:

$$\sigma' = \gamma_0 \cdot G' \cdot \sin \omega t \quad (4.41)$$

$$\sigma'' = \gamma_0 \cdot G'' \cdot \cos \omega t \quad (4.42)$$

De ambas fórmulas se despejan el módulo elástico y el de pérdidas respectivamente:

$$G' = \frac{\sigma'}{\gamma_0 \cdot \sin \omega t} = \frac{\sigma'}{\gamma} \quad (4.43)$$

$$G'' = \frac{\sigma''}{\gamma_0 \cdot \cos \omega t} \quad (4.44)$$

Si se despejan de nuevo las componentes de la tensión, se obtendría:

$$\sigma = G' \cdot \gamma + G'' \cdot \gamma_0 \cdot \cos \omega t = G' \cdot \gamma + G'' \cdot \frac{\omega \cdot \gamma_0 \cdot \cos \omega t}{\omega} = G' \cdot \gamma + \frac{G''}{\omega} \cdot \dot{\gamma} \quad (4.45)$$

En el segundo término si se multiplica o divide por la frecuencia  $\omega$ , se obtiene que la componente viscosa depende de la velocidad de deformación, y sabemos que  $G''/\omega = \eta'$  por lo que se desarrolla la siguiente ecuación:

$$\sigma = G' \cdot \gamma + \eta' \cdot \dot{\gamma} \quad (4.46)$$

### 4.5.2 LAOS (large amplitude oscillatory shear)

Los fluidos complejos y los sólidos blandos tienen una gran variedad en su comportamiento reológico no lineal. El ensayo LAOS en una buena forma de poder estudiar y observar estas respuestas no lineales, lo que significa que la curva de respuesta no es una sinusoidal, sino que se encuentra deformada. Es un método que se utiliza para cuantificar la transición progresiva del comportamiento reológico lineal al no lineal a medida que la amplitud de tensión ( $\gamma_0$ ) aumenta a cualquier frecuencia ( $\omega$ ) impuesta.

Introduciendo la misma señal que en el ensayo anterior:

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t) \quad (4.47)$$

Esta deformación impone una velocidad de cizalla ( $\dot{\gamma} = d\gamma/dt$ ):

$$\dot{\gamma}(t) = \frac{d\gamma}{dt} = \gamma_0 \omega \cos(\omega t) \quad (4.48)$$

Donde  $\omega$  es la frecuencia,  $\gamma_0$  es la amplitud y  $t$  es el tiempo. Como se ha visto con anterioridad los módulos viscoelásticos  $G'$  y  $G''$  dependen respectivamente a  $\gamma(t)$  y  $\dot{\gamma}(t)$ .

Las herramientas para el desarrollo del LAOS son el “espacio de Pipkin”, las curvas de Lissajous y la transformada de Furier.

El Diagrama o Espacio de Pipkin utiliza las variables independientes  $\gamma_0$  y  $\omega$ , y con ellas relaciona el flujo viscoso, la viscoelasticidad lineal (para muy pequeñas amplitudes,  $\gamma_0$ ) y la viscoelasticidad no lineal.

El método más común para cuantificar el ensayo LAOS es la transformada de Furier, que se describe con una serie de Furier. Normalmente esta función deja de ser sinusoidal y de tener el comportamiento lineal que se observaba en el ensayo SAOS. En este tipo de ensayos se producen armónicos (componentes sinusoidales de una amplitud que tiende a 0) más altos, y únicamente los impares están producidos por la respuesta reológica del sistema. La tensión se puede escribir con las series de Furier de dos maneras diferentes:

$$\sigma(t; \omega, \gamma_0) = \gamma_0 \sum_{n \text{ odd}} [G'_n(\omega, \gamma_0) \sin n\omega t + G''_n(\omega, \gamma_0) \cos n\omega t] \quad (4.49)$$

$$\sigma(t; \omega, \gamma_0) = \dot{\gamma}_0 \sum_{n \text{ odd}} [\eta''_n(\omega, \gamma_0) \sin n\omega t + \eta'_n(\omega, \gamma_0) \cos n\omega t] \quad (4.51)$$

En esta representación solo se incluyen los armónicos impares (odd) ya que se supone que la respuesta del esfuerzo es de simetría impar respecto a la deformación o la velocidad de corte. Esto significa que si se invirtiera el sistema de coordenadas la respuesta del material sería la misma. Si se estudiara la zona de viscoelasticidad lineal, la respuesta del esfuerzo solo incluiría un armónico,  $n=1$ , y según nos alejamos de esta zona aumentando la amplitud las contribuciones de los armónicos también lo hacen.



La transformada de Fourier reológica, se puede escribir también con los coeficientes de Chebyshev.

Para comenzar se conoce que la entrada de deformación y de velocidad de deformación son independientes y ortogonales. Y de esta forma podemos descomponer la tensión de salida en tensión (elástica) y en tensión (viscosa). Para utilizar los coeficientes de Chebyshev se escribirá en función de  $x$  e  $y$ , de la siguiente forma [26], [29]:

$$x = \frac{\gamma(t)}{\gamma_0} = \sin\omega t \quad (4.52)$$

$$y = \frac{\dot{\gamma}(t)}{\dot{\gamma}_0} = \cos\omega t \quad (4.53)$$

Entonces se obtendría la siguiente tensión:

$$\sigma = \sigma^e(x; \omega, \gamma) + \sigma^v(y; \omega, \dot{\gamma}) \quad (4.54)$$

Siendo:

$\sigma^e = \text{componente elástica}$

$\sigma^v = \text{componente viscosa}$

Las dos componentes se pueden expresar en función de la  $x$  e  $y$ , y con los coeficientes de Chebyshev. Y obtendríamos las siguientes fórmulas:

$$\sigma^e = \gamma_0 \sum_{n:\text{odd}} e_n(\omega, \gamma_0) T_n(x) \quad (4.55)$$

$$\sigma^v = \dot{\gamma}_0 \sum_{n:\text{odd}} v_n(\omega, \dot{\gamma}_0) T_n(y) \quad (4.56)$$

Donde  $T_n$  es el orden enésimo de los polinomios de Chebyshev, los cuales se expresan así:

$$T_0 = 1$$

$$T_1 = x$$

$$T_2 = 2x^2 - 1$$

$$T_3 = 4x^3 - 3x$$

$$T_4 = 8x^4 - 8x^2 + 1$$

$$T_5 = 16x^5 - 20x^3 + 5x$$

Las funciones de cada uno de los órdenes son ortogonales y además los coeficientes  $e_n$  y  $v_n$  son independientes entre sí. Siendo:

$e_n(\omega, \gamma_0)$ . El coeficiente elástico de Chebyshev

$v_n(\omega, \gamma_0)$ . El coeficiente viscoso de Chebyshev.

En la zona lineal (SAOS) sabemos que  $e_3/e_1 \ll 1$  y  $v_3/v_1 \ll 1$ , tendiendo  $e_1$  a  $G'$  y  $v_1$  a  $\eta' = G''/\omega$ .

Por otro lado, se conoce que:

$$e_n = G'_n(-1)^{\frac{n-1}{2}} \quad (4.57)$$

$$v_n = \frac{G''_n}{\omega} = \eta'_n \quad (4.58)$$

Sabiendo que la  $n=\text{odd}$ , solo los armónicos impares que son los que afectan a la deformación de la onda.

Los armónicos de tercer orden son aquellos que producen la desviación sobre la viscoelasticidad lineal y se obtendrían los siguientes coeficientes:

$$e_3 = |G_3^*| \cos \delta_3 \quad (4.59)$$

$$v_3 = \frac{G_3^*}{\omega} \sin \delta_3 \quad (4.60)$$

Siendo  $\delta_3$  la fase absoluta.

Por ello estudiando los coeficientes  $e_3$  y  $v_3$  podemos conocer el comportamiento del fluido que depende del ángulo de fase de la siguiente forma:

$$e_3 = |G_3^*| \cos \delta_3 \begin{cases} > 0 & \text{para } \frac{\pi}{2} < \delta_3 < \frac{3\pi}{2} & \text{endurecimiento} \\ = 0 & \text{para } \delta_3 = \frac{\pi}{2}, \frac{3\pi}{2} & \text{elástico lineal} \\ < 0 & \text{para } -\frac{\pi}{2} < \delta_3 < \frac{\pi}{2} & \text{ablandamiento} \end{cases} \quad (4.61)$$

$$v_3 = \frac{G_3^*}{\omega} \sin \delta_3 = \begin{cases} > 0 & \text{para } 0 < \delta_3 < \pi & \text{reofluidizante} \\ = 0 & \text{para } \delta_3 = 0, \pi & \text{Viscoso lineal} \\ < 0 & \text{para } \pi < \delta_3 < 2\pi & \text{dilatante} \end{cases} \quad (4.62)$$

Por último, se hace uso de los diagramas de Lissajous. En la zona viscoelástica lineal donde  $\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t)$  y  $\sigma = \gamma_0(G' \cdot \sin \omega t + G'' \cdot \cos \omega t)$  la

representación de la tensión respecto a la deformación y la deformación frente a la velocidad es una elipse. Si trabajáramos esas dos ecuaciones obtendríamos:

$$\sigma^2 - 2G'\sigma\gamma + \gamma^2(G'^2 + G''^2) = (G''\gamma_0)^2 \quad (4.63)$$

Una vez que salimos de la zona lineal, las representaciones dejan de ser elípticas. Estos diagramas son una discusión geométrica que nos llevan a las mismas conclusiones que los coeficientes de Chebyshev.

Para el desarrollo del ensayo LAOS el trabajo se basa en la lectura de [20], [21], [26], [28], [29], [32].

# CAPÍTULO 5. METODOLOGÍA DE ENSAYOS

---

Los ensayos realizados son rotatorios y oscilatorios, haciendo más focalización en los segundos, para poder observar el comportamiento de los fluidos dilatantes. Para ello se debe tratar diversos temas: el material a utilizar, preparación del reómetro y el tipo de experimentos que se desarrollarán. El programa informático con el cual se ha trabajado es el TRIOS.

Los ensayos han sido realizados en el centro IMDEA materiales, donde ya se ha estado estudiando con anterioridad el comportamiento de fluidos dilatantes mediante ensayos oscilatorios.

## 5.1 MEZCLADO DE MATERIAL

En los ensayos no se va a proceder al mezclado de material, sino que se utilizará el fluido dilatante que ha sido preparado con anterioridad para realizar otros experimentos.

El fluido dilatante que será utilizado se compone de un líquido conductor y partículas sólidas de sílica.

El fluido conductor es *polipropileno glicol* (PPG) con las siguientes características:

- Viscosidad a 20°C: 270mPa s
- Solubilidad en agua completamente.
- Densidad a 20°C: 1,00 g/mL.
- Fórmula de estructura molecular: p1200

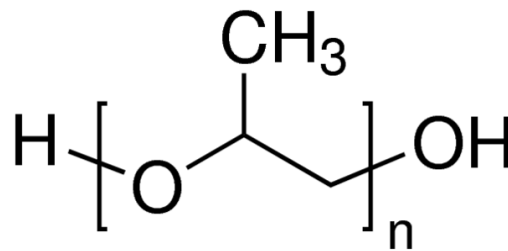


Figura 5. 1 Estructura molecular del polipropileno glicol

- Precio: 61€/L

Tras la obtención del fluido base, se procedería a la realización del fluido dilatante, es decir, la mezcla entre nuestro fluido base y las partículas de sílica. Se procederá a la preparación de cuatro muestras diversas con diversos porcentajes en masa de sílica.

$$\% \text{ Masa sílica} = \frac{X_{\text{sílica}}}{X_{\text{sílica}} + X_{\text{polip}}} \cdot 100 \quad (5.1)$$

Las partículas utilizadas son AEROSIL 300, *hydrophilic fumed sílica* con un área superficial específica de 300 m<sup>2</sup>/g. Estas partículas se utilizan en pinturas y recubrimientos, productos cosméticos, adhesivos y selladores, entre otras.

Cada ensayo se realizará a los siguientes porcentajes en masa de sílice: 7.5%, 10%, 12,5% y 15%.

La mezcla se realizaría con la introducción de las partículas sólidas lentamente mientras se mezcla continuamente. Debido al gran tiempo que implica realizar el fluido dilatante, se ha decidido que se utilizarán muestras realizadas con anterioridad para trabajar en los siguientes experimentos.

## 5.2 PROTOCOLO DE ENSAYOS

El reómetro del que se va a hacer uso es el modelo AR 2000 ex, de la empresa TA Instruments Rheometers. Funciona con aire a presión y esto hace que el motor funcione

con mayor precisión. En la imagen 5.2 se puede observar la maquinaria de la que se ha hecho uso durante los ensayos.



Figura 5. 2 Imagen del reómetro utilizado en los experimentos

Las características técnicas de este reómetro se pueden ver en la siguiente tabla [30]:

Características técnicas del reómetro AR 2000	
Par mínimo	0,1 $\mu Nm$
Par máximo	200 $mNm$
Inercia del motor	15 $\mu Nms^2$
Rango de velocidad angular	$1 \cdot 10^{-8} - 300 \text{ rad/s}$
Mobius Drive ¿?	Standard
Rango de frecuencia	$1,2 \cdot 10^{-7} - 100 \text{ Hz}$
Displacement Resolution	0,04 $\mu rad$
Air bearings	Porous carbon
Auto Gap set	Standard
Gap resolution	0,06 $\mu m$
Rango de fuerza normal	0,01 – 50 $N$
Opciones de control de la temperatura	
Peltier plate	–20 a 200 °C
Environmental test chamber	–150 a 600 °C
Concentric Cylinder-Peltier Control	–10 a 150 °C
Advanced Features	
Smart Swap System	Standard

Tabla 1 Características del reómetro AR 2000

Como se ha visto en el punto 4.2 los ensayos con los reómetros los podemos realizar con diferentes geometrías. En nuestro caso se va a trabajar con la geometría de platos paralelos. Los platos que utilizaremos tienen un diámetro de 25 mm, y una velocidad de cizalla máxima de  $3,73 \cdot 10^3 \text{ 1/s}$  [30].

Para la realización del ensayo se debe seguir los siguientes pasos. Lo primero que se realizará es la comprobación de la limpieza de los platos y si esta es correcta

procederemos a su colocación, haciendo uso de una llave Allen para su fijación y así se evita que se produzca algún tipo de movimiento no requerido a lo largo del experimento.

Una vez que los platos han sido colocados, se debe proceder a la calibración del reómetro, la cual se realiza a través del programa TRIOS, seleccionando la opción para inercia y *rotational mapping*. Lo que se realiza ahora es la búsqueda del 0 de forma que al realizar el experimento pueda medir el GAP correctamente. Esto se realiza haciendo bajar al plato superior hasta que se produce un contacto con el inferior, es decir, ha encontrado el 0 y se puede subir el plato superior de nuevo para proceder a la colocación del material.

La cantidad de material es aquella que sea suficiente para cubrir totalmente el plato inferior como se puede ver en la figura 5.3. Se debe poner tanto material como para cubrir totalmente el plato inferior como se puede observar en la imagen 5.3. Tras tener el material óptimamente colocado se puede hacer descender al plato superior de nuevo hasta el plato inferior y conseguir un resultado como el de la figura 5.4 en la cual se observa que el fluido en los extremos alcanza una forma circular.

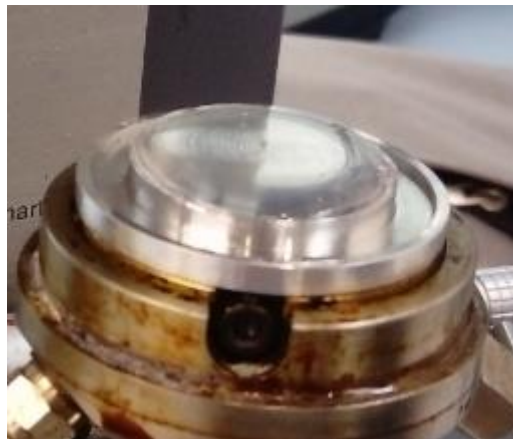


Figura 5. 3 Colocación del fluido dilatante



Figura 5. 4 Visualización del fluido dilatante en la posición correcta para la realización del ensayo

Una vez que tenemos el material colocado se puede proceder a realizar los experimentos. A cada muestra se le harán tres ensayos diferentes que son los siguientes:

- Flow sweep
- Oscillatory amplitude
- Oscillatory frequency

Los ensayos se realizarán de continuo, únicamente se deberá ajustar el plato superior y de esta forma cuando se inicie un experimento la muestra permanecerá como en la

figura 5.4. Cuando se llega al cambio de muestra se procede a alzar el plato superior y limpiar la zona para poder introducir la siguiente muestra de diferente porcentaje de sílica.

Los ensayos realizados no tendrán como factor determinante la temperatura, y se realizarán a una temperatura de 29°C aproximadamente.

El primer ensayo que se debe realizar es el *Flow Sweep*, un ensayo rotacional con la tensión escalonada (en escalera) donde se medirá la viscosidad ( $\eta$ ) respecto a la velocidad de cizalla ( $\dot{\gamma}$ ). A la hora de desarrollar este ensayo se debe proceder a un pre-cizallado de 30 segundos y la selección *Conditioning simple*.

El segundo ensayo que se debe realizar es el *Oscillatory Amplitude* (OA), el cual consiste en un ensayo oscilatorio donde se mantendrá constante la frecuencia, y se variará la deformación desde 10-3000%, aunque a la hora de la realización del experimento se ha detenido antes como se podrá observar en las gráficas del punto 6. Se van a realizar 4 experimentos variando la frecuencia a 7.5, 10, 12.5 y 15 rad/s.

Por último, se realizará el ensayo *Oscillatory Frequency* (OF), el cual es un ensayo oscilatorio como el anterior, pero en esta ocasión se mantendrá constante la deformación, y se variará la frecuencia desde 1- 100 rad/s, aunque a la hora de realizar el experimento se ha detenido antes de llegar a la frecuencia de 100 rad/s. También se procederá a hacer 4 experimentos con la variación de la deformación a 400, 500, 600 y 700%.

En los ensayos *Oscillatory Amplitude* y *Oscillatory Frequency* se centran en el estudio de la variación de  $G'$ ,  $G''$  y  $\eta^*$ . Las representaciones se realizarán siempre en escalas logarítmicas.

Durante la realización de los ensayos se pueden encontrar diversas fuentes de error que son las siguientes:

- La variación del GAP, ya que cada vez que se realiza un ensayo tenemos que recolocar la placa superior para tener el líquido en las condiciones apropiadas como se mostraba en la figura 5.4.
- La variación que se pueda producir en la temperatura.
- El posible error humano, a la hora de ajustar y colocar el material.



## CAPÍTULO 6. RESULTADOS

---

En este capítulo se realizarán gráficas de los diferentes experimentos realizados a modo de poder realizar una comparación de la variación del comportamiento de los diferentes fluidos en los diferentes ensayos.

Los resultados los realizaremos mediante gráficas en el programa ORIGIN, exportando los datos del programa con el que se han realizado los experimentos, TRIOS. El programa TRIOS se encontraba conectado al reómetro y de esta forma se tienen todos los datos de los experimentos

## 6.1 FLOW SWEEP

En primer lugar, se ha realizado el ensayo *Flow Sweep*, es decir, el ensayo rotacional en el que se aumenta de forma escalonada la tensión. En este ensayo se representará la viscosidad respecto a la velocidad de cizalla. En la imagen 6.1 se puede observar que a mayor concentración de partículas de sílice la velocidad de cizalla crítica en la que empieza el comportamiento dilatante es más pequeña y las viscosidades mayores. Esto se ha explicado anteriormente mediante la teoría de *Hydroclusters*, en la cual se veía que cuantas más partículas hubiera, más fácilmente se formaban las agrupaciones y se producía el aumento de la viscosidad a velocidades más pequeñas.

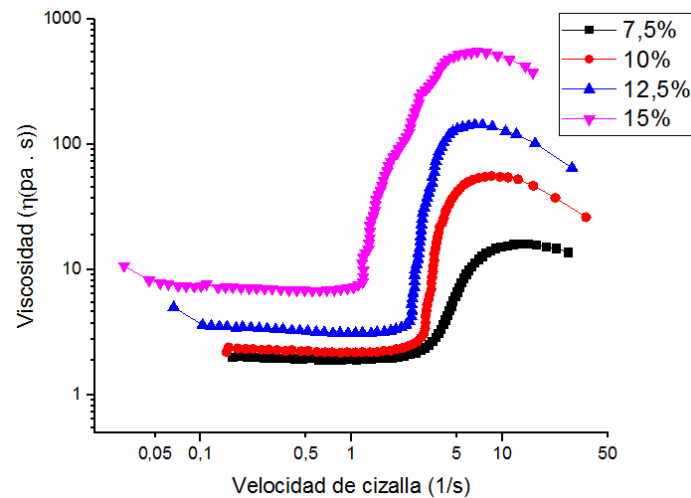


Figura 6. 1 Gráfico de viscosidad respecto a la velocidad de cizalla a diferentes % de composición de sílice.

Como se puede observar en la gráfica en todas las mezclas se produce una zona inicial estable (newtoniano) como en la mezcla de composición de 7,5%. En los tres ensayos siguientes se observa que la primera región tiene una pendiente negativa, es decir, actúan con un comportamiento pseudoplástico. Tras llegar a la región crítica de cada una de las mezclas, se percibe el salto de la viscosidad, es decir, la zona de comportamiento dilatante. Por último, cuando la viscosidad llega al su punto máximo, vuelven a comportarse como fluidos pseudoplásticos, siendo el de composición 7,5% el fluido que entra en esa región a mayor velocidad de cizalla y el de 15% el que menos velocidad lo hace. Como se observa a través del gráfico, según se aumenta el porcentaje en masa de sílice las gráficas se desplazan hacia arriba y a la izquierda, es decir, las viscosidades se ven incrementadas notablemente y la entrada a la zona dilatante se produce antes pero también finaliza antes. La zona inicial de comportamiento newtoniano o pseudoplástico se ve reducida según se incrementa el porcentaje de sílice.

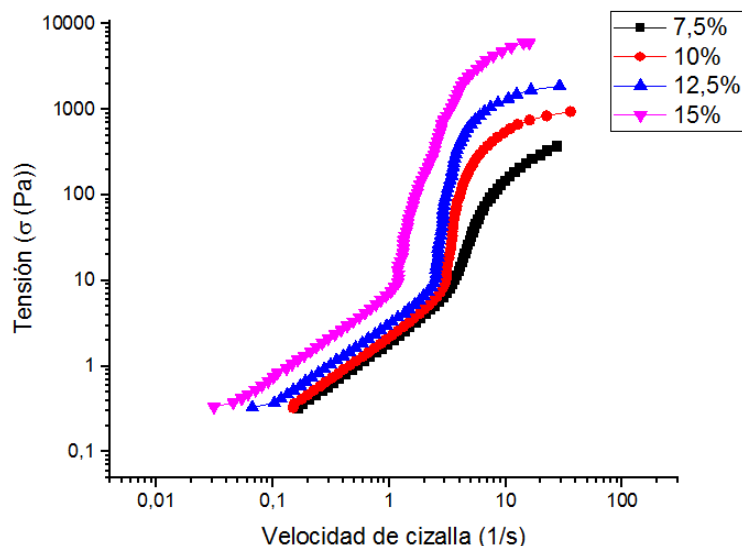


Figura 6. 2 Gráfico de tensión respecto a la velocidad de cizalla a diferentes % de composición de sílica.

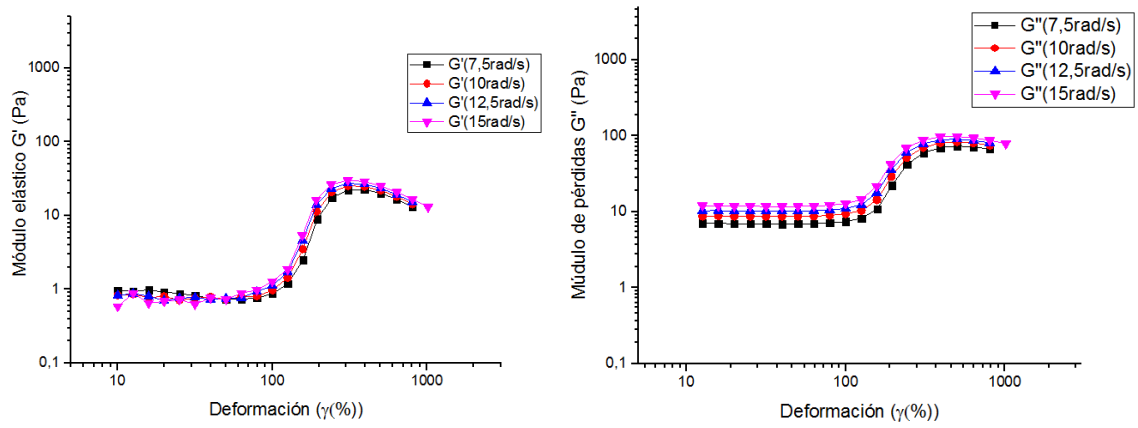
En la segunda gráfica, 6.2, se observa la relación que se produce entre la tensión y la velocidad de cizalla. Lo que se ha visto es el aumento de la tensión con el aumento de velocidad, pero la zona donde el material entra en la región dilatante (el mismo punto que en la gráfica 6.1, la tensión aumenta con una mayor pendiente, ya que está relacionada con la viscosidad. Es decir, en las dos gráficas se observa el cambio de pendiente a la misma velocidad de cizalla.

En la figura 6.1 y 6.2, se observa que la velocidad crítica se alcanza al mismo tiempo, y esta disminuye a medida que el porcentaje en masa del sílica aumenta. Cuando se alcanza la velocidad crítica quiere decir que entramos en la zona de dilatancia, es decir, donde la viscosidad aumenta notoriamente. Este fenómeno se observa muy bien cuando se realiza el experimento, ya que cuando se produce el aumento de la viscosidad, se asemeja a un sólido bajo torsión. Por último, nos encontramos con una velocidad límite, lo cual quiere decir, que el fluido no puede comportarse más en dilatancia, y su viscosidad vuelve a descender, es decir, comportamiento reofluidizante.

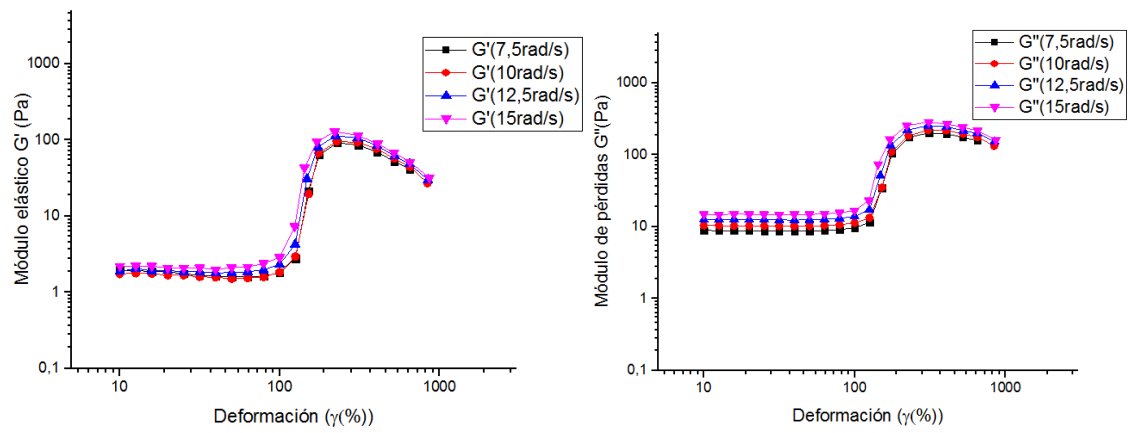
## 6.2 OSCILLATORY AMPLITUDE

Tras haber concluido con el ensayo Flow Sweep, se estudiará a través de gráficas, el ensayo OA (Oscillatory Amplitude). Se desarrollará el comportamiento de los parámetros  $G'$  y  $G''$  a diferentes velocidades angulares y la tangente de pérdidas, todo ello en función de la deformación (%).

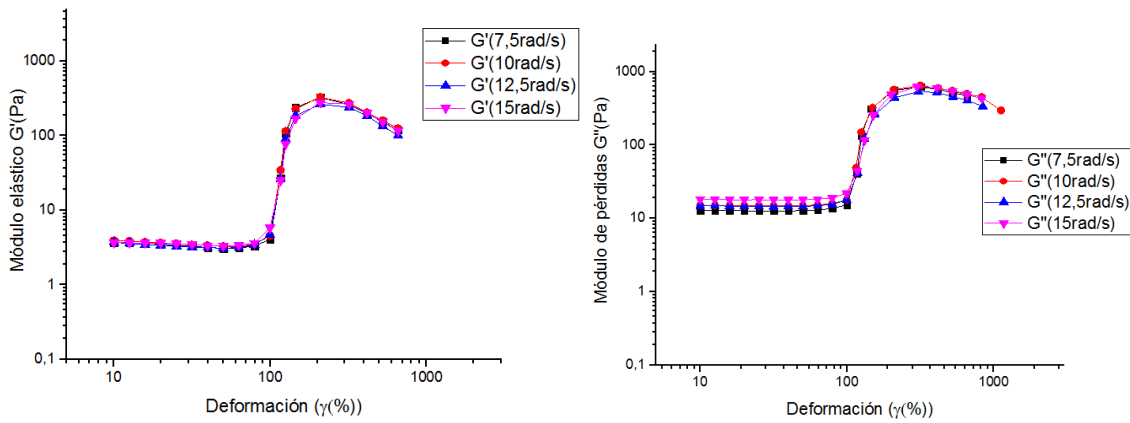
## CAPÍTULO 6: RESULTADOS



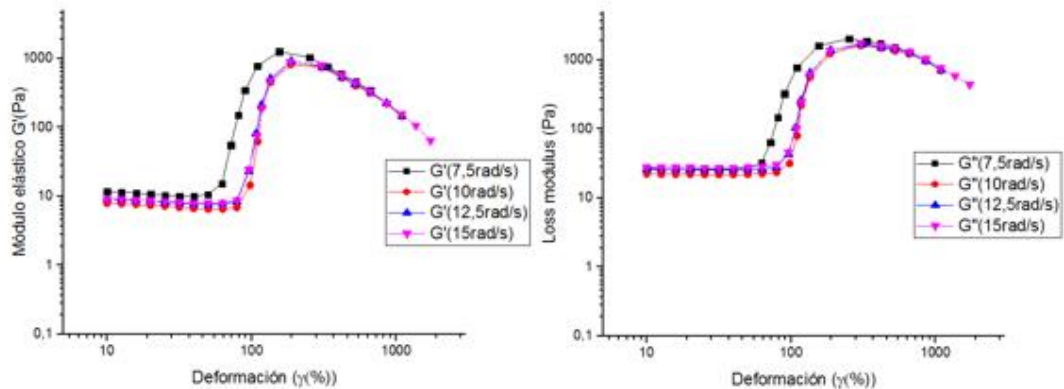
a)



b)



c)



d)

Figura 6. 3 Gráficos de los módulos elástico  $G'$  y módulos de pérdidas  $G''$  en función de la deformación a las velocidades de 7,5 rad/s, 10 rad/s, 12,5 rad/s y 15 rad/s. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica.

En las cuatro gráficas que se observan en la figura 6.3 se han representado los módulos de  $G'$  y  $G''$  en función de la deformación ( $\gamma(\%)$ ). En cada una de ellas se puede ver el comportamiento de cada muestra ensayada a diferentes velocidades angulares ( $\omega$ ). En cada una de ellas se percibe una primera zona lineal donde  $G'$  y  $G''$  son prácticamente independientes de la deformación que se produce.

Por otro lado, en la zona lineal  $G'' > G'$  lo que quiere decir que el comportamiento viscoso predomina respecto al elástico, aunque a medida que el porcentaje en masa de sílica aumenta en la muestra, la diferencia entre los dos módulos disminuye. Se puede ver con claridad ya que el módulo de pérdidas prácticamente permanece constante (en la primera zona) a diferentes composiciones y misma  $\omega$ , lo que significa que, aunque siempre predomina el comportamiento viscoso, el comportamiento elástico aumenta considerablemente.

En cada una de las cuatro gráficas se observa que con el aumento de  $\omega$ , la entrada a la zona no lineal (la zona dilatante) se produce a una deformación más pequeña. Cuando se le aplica una velocidad mayor a nuestro fluido dilatante, las partículas chocan con más rapidez, lo que favorece a la creación de los hydroclusters y se produce un aumento de la viscosidad.

Según hacemos crecer la  $\omega$  y el % Sílica, se consigue un aumento de la viscosidad más prominente, pero la zona de dilatancia es más pequeña. También se observa como cada vez la  $G'$  y  $G''$  se van prácticamente igualando, y tienen un comportamiento 50% viscoso y 50% elástico ( $\delta \approx 45^\circ$ ).

Por último, nos encontramos una tercera zona, que con el aumento del porcentaje en masa de sílica deja de ser menos lineal y empieza a comportarse como un pseudoplástico, es decir, disminuye la viscosidad.

En la figura 6.4, se ha decidido representar la tangente de pérdidas respecto a la deformación realizada en el ensayo a las diferentes  $\omega$ . En cada una de las gráficas se representa cada una de las muestras que tenemos.

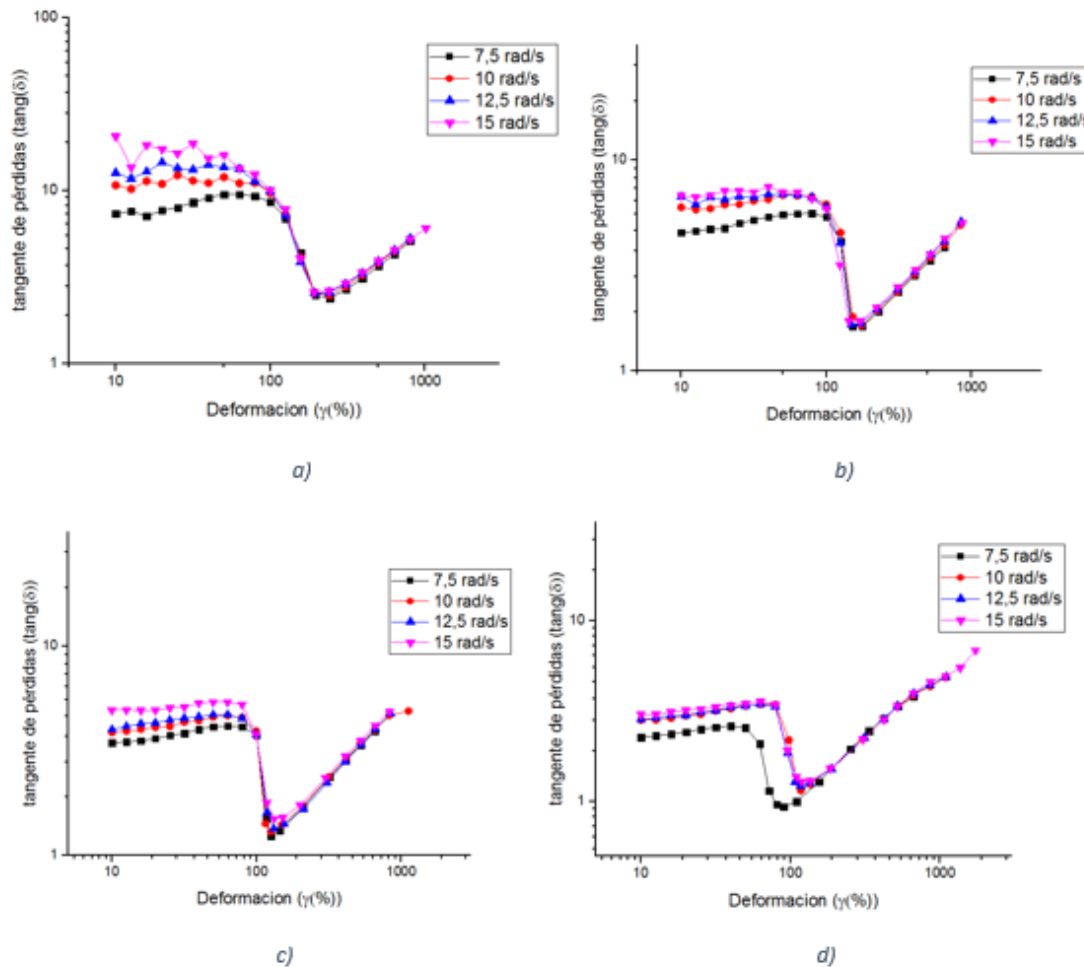


Figura 6. 4 Gráficos de la tangente de pérdidas ( $\tan \delta$ ) en función de la deformación a las velocidades de 7,5 rad/s, 10 rad/s, 12,5 rad/s y 15 rad/s. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica.

En la figura 6.4, prácticamente se puede observar el comportamiento de la figura 6.3, pero expresado con el parámetro de la tangente de pérdidas  $\tan \delta = G''/G'$ . Con la tangente de pérdidas conocemos el ángulo de desfase ( $\delta$ ), y como se vio en el apartado 4.5 si  $\delta = 90$  sería un fluido newtoniano (viscoso) y si  $\delta = 0$  tendría un comportamiento puramente elástico (sólido hookeano). En nuestro caso se trabajará con un fluido dilatante, es decir, siempre vamos a estar entre esos dos valores, pero dependiendo en la zona que se encuentre, predominará un comportamiento u otro.

La primera zona es prácticamente lineal con un comportamiento más viscoso que elástico ya que  $\tan \delta > 1$ . Pero observamos que cada vez que la muestra tiene más porcentaje de sílica la tangente de pérdidas disminuye, es decir, junto a la gráfica 6.3 podemos decir que el comportamiento elástico aumenta.

La entrada a la zona dilatante se va adelantando con la velocidad, pero más notablemente con el aumento del porcentaje de sílica.

Se observa que en la figura 6.4 gráfica a) los puntos iniciales a la velocidad de 15 rad/s se encuentran dispersos, esto se debe a que a una alta velocidad en el inicio del ensayo y no se encontraba estable por lo que los resultados obtenidos serán poco fiables.

Una vez estudiado el comportamiento del fluido dilatante se va a representar la viscosidad compleja ( $\eta^*$ ) respecto a la deformación (%).

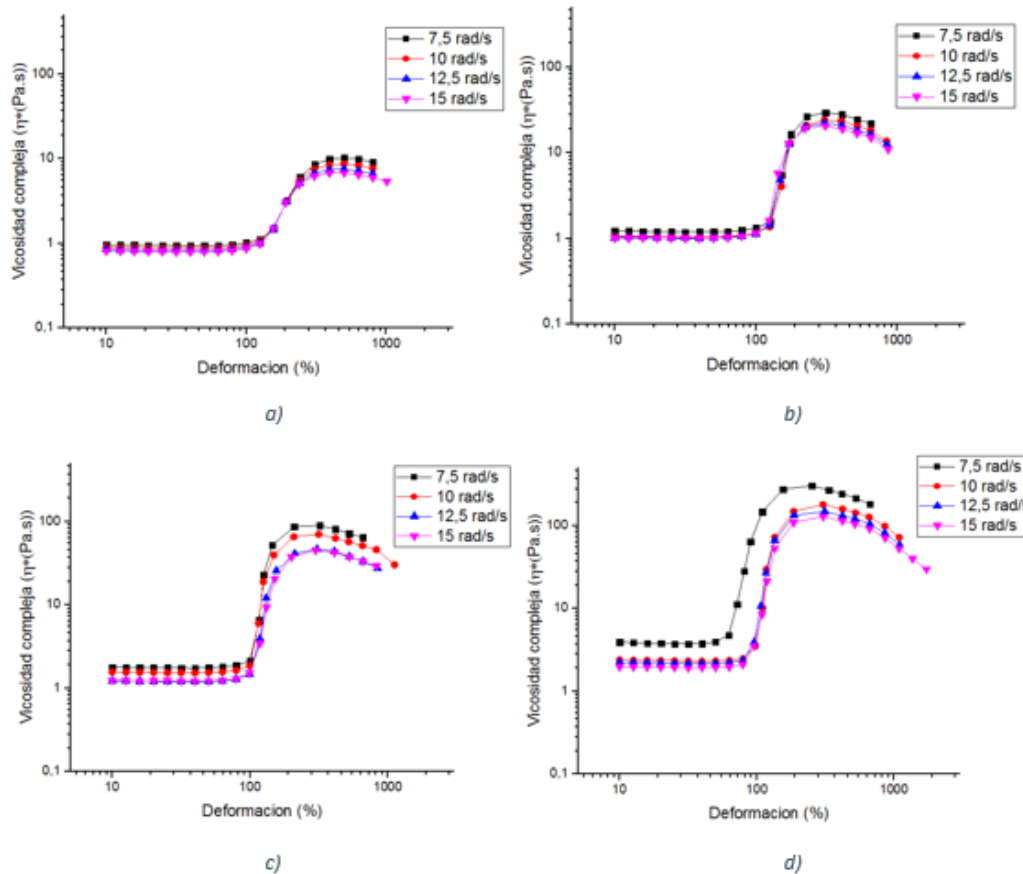


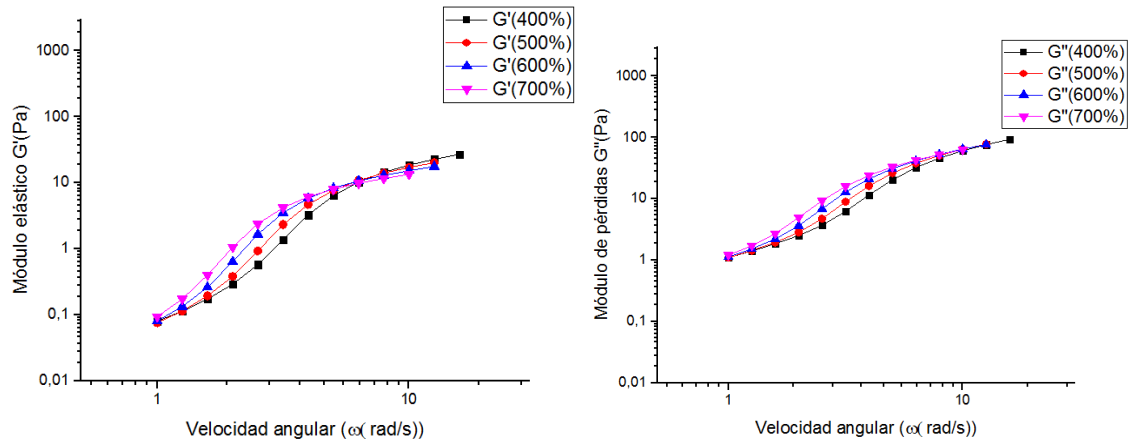
Figura 6. 5 Gráficos de la viscosidad compleja ( $\eta^*$ ) en función de la deformación a las velocidades de 7,5 rad/s, 10 rad/s, 12,5 rad/s y 15 rad/s. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica.

En la figura anterior 6.5, se puede observar el comportamiento de la viscosidad compleja en función de la deformación. El factor por el que más afectado se ve la muestra es la composición de sílica que posee, ya que, a medida que el porcentaje se incrementa la dilatancia se produce antes, es decir, la deformación crítica es menor. Y no solo se adelanta la dilatancia, también esta zona es más prominente y las viscosidades alcanzadas son mayores, aunque también durante menos tiempo.

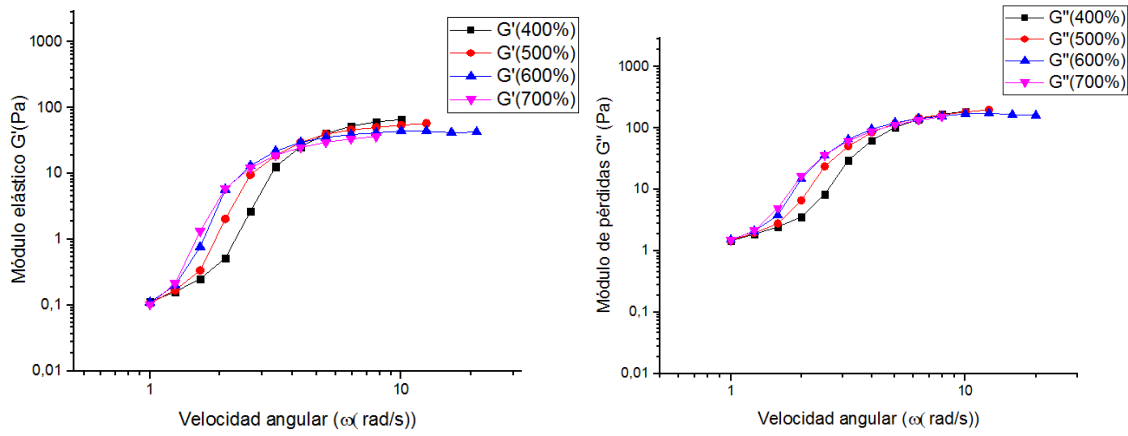
### 6.3 OSCILLATORY FREQUENCY

Una vez que se ha estudiado y analizado el comportamiento de las muestras a una velocidad constante (OA), se realizará el mismo estudio, pero con los ensayos (OF), es decir, ahora el parámetro constante será la deformación producida e se irá aumentando la frecuencia del ensayo.

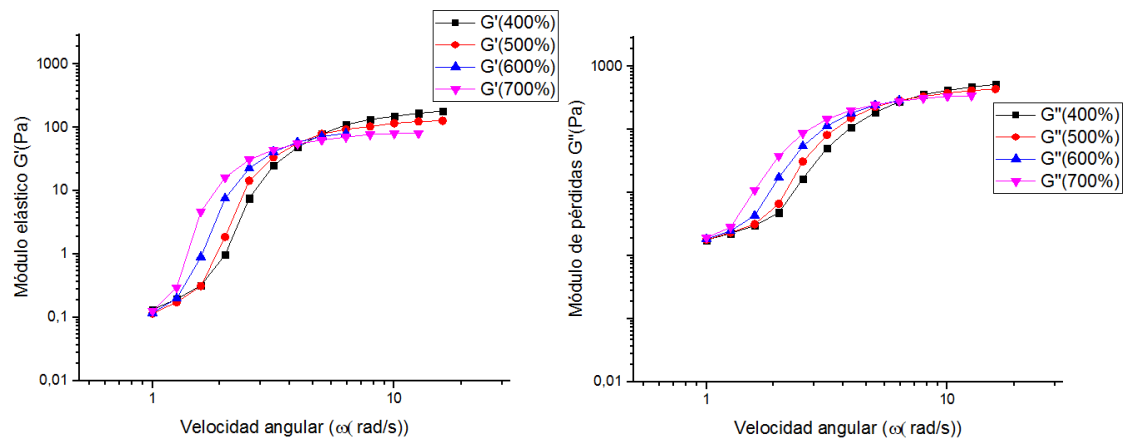
## CAPÍTULO 6: RESULTADOS



a)



b)



c)



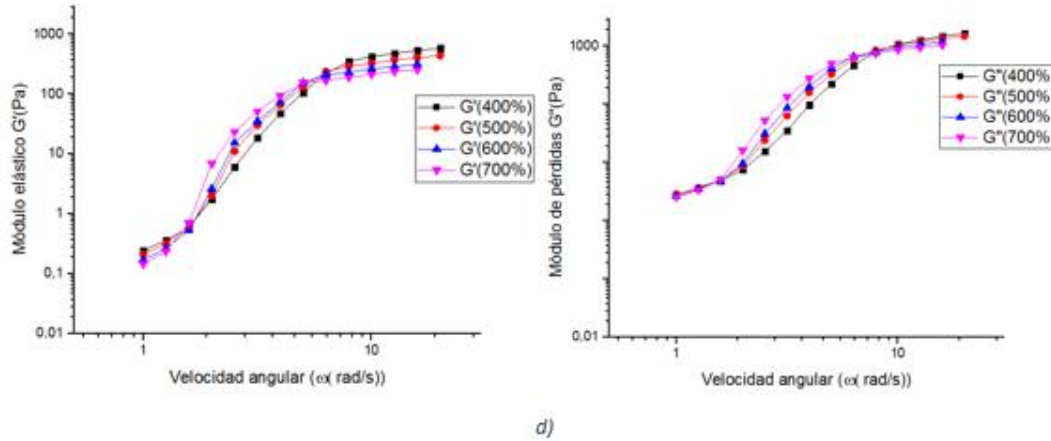


Figura 6. 6 Gráficos de los módulos elástico  $G'$  y módulos de pérdidas  $G''$  en función de la velocidad angular a las deformaciones de 400%, 500%, 600% y 700%. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica.

Si se estudian las gráficas de la figura 6.6, se puede ver como a la velocidad de 1 rad/s, prácticamente las 4 muestras a las diferentes deformaciones se encuentran en el inicio de la zona dilatante, donde el material incrementa su viscosidad. Lo que se observa de las 4 muestras, una vez realizados los 4 ensayos es que  $G'' > G'$ , es decir, el comportamiento es más viscoso que elástico, aunque en la zona dilatante es donde más tienden a asemejarse, y se verá con más claridad en la figura 6.7 con la tangente de pérdidas, la cual disminuye hasta que el material sale de la zona de dilatancia y las viscosidad vuelve a decrecer de nuevo un poco, aunque en estos ensayos prácticamente se estabilizan la  $G'$ , la  $G''$  y por consiguiente la tangente de pérdidas.

Lo sucedido en los experimentos es que según se aumenta la deformación y también el % de partículas de sílica, la zona no lineal (dilatante) se hace más prominente pero cada vez la muestra sale de esta zona a una velocidad angular más pequeña. Esto significa que en la zona no lineal cada vez se ha asemejado más a un sólido, aunque haya sido por menos tiempo.

Este suceso se puede explicar también a través de la teoría de los *hydroclusters*, si deformamos más una muestra, aumentamos la probabilidad de que las partículas choquen unas con otras y si además también se incrementa el % de partículas de sílica en cada muestra, esta probabilidad de choque se acrecienta notoriamente. Y por ello, la velocidad crítica para entrar a la zona de dilatancia disminuye.

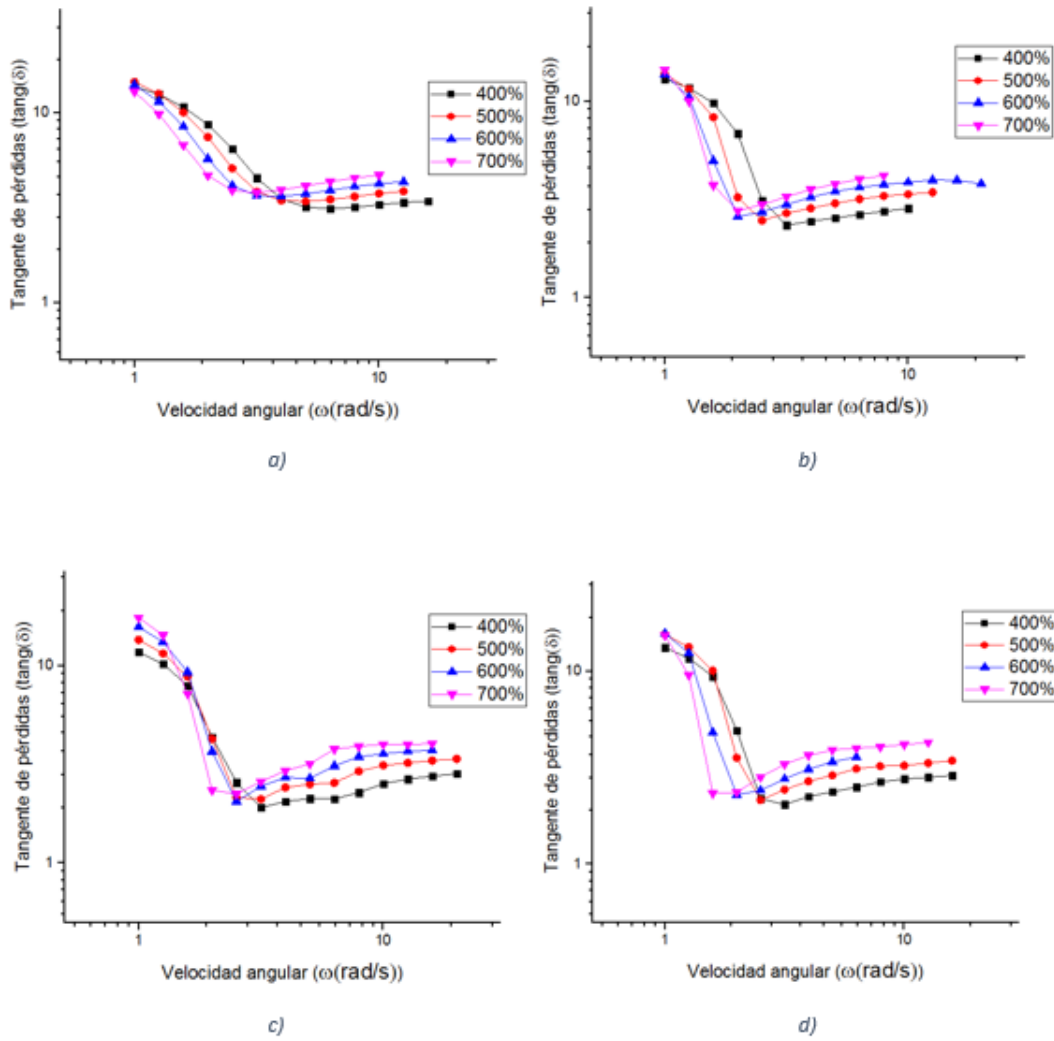


Figura 6. 7 Gráficos de tangente de pérdidas en función de la velocidad angular a las deformaciones de 400%, 500%, 600% y 700%. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica.

Las gráficas de la figura 6.6 se han utilizado para complementar a las gráficas 6.5, y de esta forma se observa de una forma más clara el comportamiento del fluido dilatante. Se observa con claridad la entrada en la zona de dilatancia y la salida donde vuelve a comportarse de forma más viscosa que elástica.

Por último, en las gráficas de la figura 6.8, se podrá observar la evolución de la viscosidad compleja en función de la velocidad angular a deformaciones constantes.

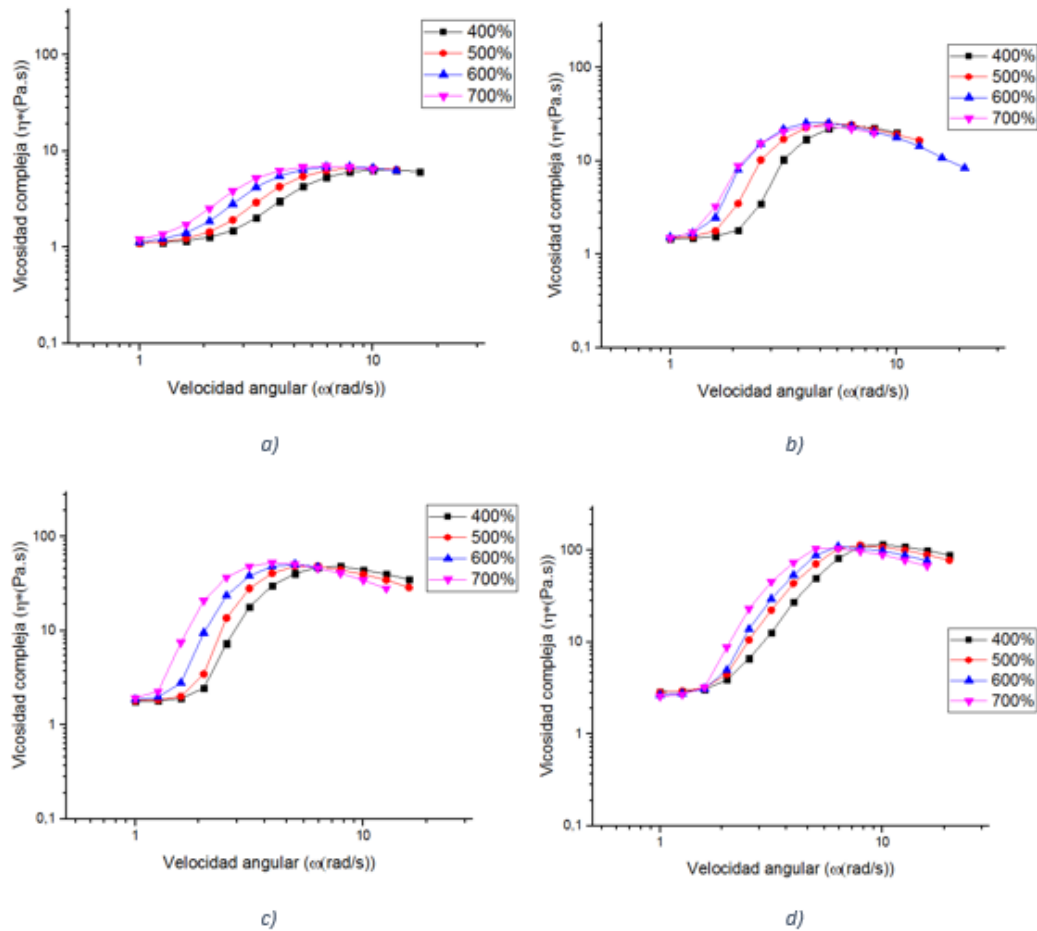


Figura 6. 8 Gráficos de viscosidad compleja ( $\eta^*$ ) en función de la velocidad angular a las deformaciones de 400%, 500%, 600% y 700%. a) Muestra 7,5% sílica, b) Muestra 10% sílica, c) Muestra 12,5% sílica y d) Muestra 15% sílica.

En la figura anterior 6.8 se ha representado la viscosidad compleja en función de la velocidad angular. Como se explicó con anterioridad, en estos ensayos ya nos encontramos en la zona dilatante cuando se inicia a hacer el estudio. Se puede ver como en los otros casos, el factor que más afecta es el porcentaje de sílica que posee la muestra. Según se aumenta la cantidad de partículas sólidas en la muestra, también la viscosidad alcanza valores superiores, pero también la zona de dilatancia finaliza antes. Por otro lado, en cada gráfica se puede observar que la deformación producida a la muestra también influye. Nuestra viscosidad compleja es superior a medida que la deformación también aumenta, aunque esto se produce hasta llegar al final de la zona de dilatancia, que se inicia a producirse un comportamiento inverso.

## 6.4 LAOS

Por último, se estudiarán los experimentos anteriores a través del LAOS, es decir, cuando la respuesta tensional se deforma (deja de ser sinusoidal). Tanto en OA como OF, introducimos una señal sinusoidal de deformación, y se estudiará la respuesta en la zona de dilatancia.

Los primeros experimentos realizados son los Oscillatory Amplitude, donde la muestra se ha ensayado a diferentes velocidades con diversas composiciones de sílica. Se

estudia a través de la representación de las señales sinusoidales (la deformación y tensión en función del tiempo) y con los diagramas de Lissajous (tensión en función de deformación). Los diagramas de Lissajous como se vio en el punto 4.5.2, en la zona elástica son elípticos y a medida que nos introducimos en la zona no lineal, empiezan a dejar de ser formas elípticas.

Si nos situásemos en la zona inicial, donde la deformación es pequeña, es decir, en la zona lineal estaría realizando un ensayo SAOS. La respuesta de la tensión debería ser sinusoidal por encontrarnos en la zona lineal. Por ejemplo, se ha elegido un punto de la zona lineal de la muestra de 15% de sílica ensayado a 10 rad/s y se ha realizado la gráfica sinusoidal en función del tiempo (6.9, a)) y el diagrama de Lissajous (6.10, a)).

Como se puede observar en ambas gráficas a) de las figuras 6.9 y 6.10 el ruido que se ha producido en la onda a la hora de realizar el ensayo hace que en las gráficas no se pueda observar nada. Debido a esto, se hará uso de una función del programa TRIOS llamada *Smooth*, la cual es capaz de eliminar el ruido de la onda. Una vez eliminado el ruido obtendríamos las gráficas b) de las figuras 6.9 y 6.10 en las cuales ya se puede ver el comportamiento del fluido. Esta es la función que se utilizará para realizar en las diferentes muestras, los diagramas de Lissajous a lo largo de los ensayos.

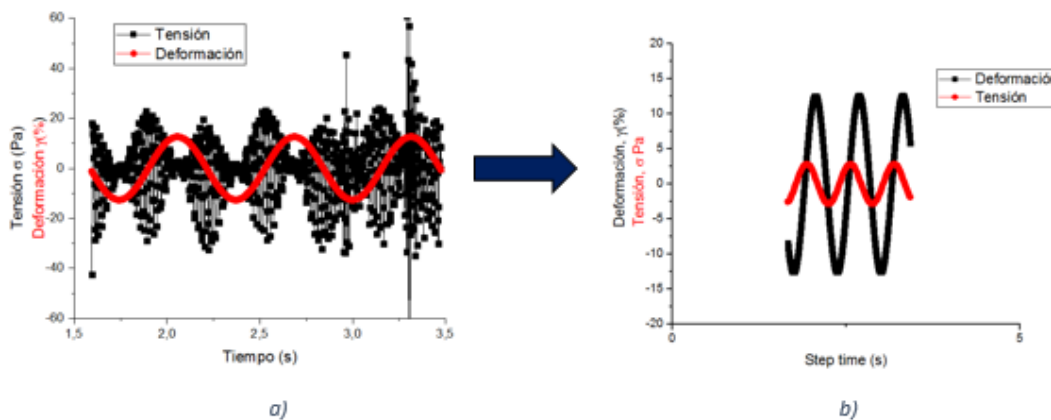


Figura 6. 9 Deformación y tensión respecto a tiempo. Muestra de 15% de sílica ensayado a 10 rad/s. a) Señal sin eliminar el ruido, b) Señal con el ruido eliminado

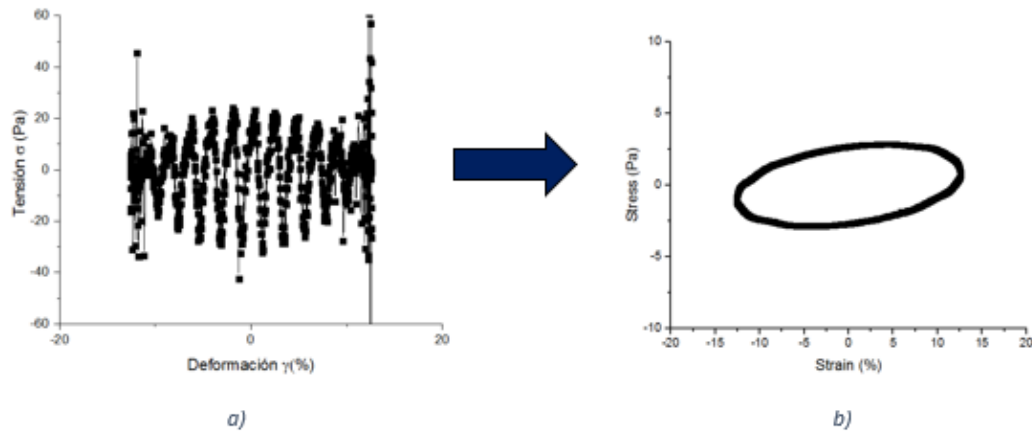


Figura 6. 10 Tensión respecto a deformación. Muestra de 15% de sílica ensayado a 10 rad/s. a) Señal sin eliminar el ruido, b) Señal con el ruido eliminado

Este proyecto se centra en el ensayo LAOS, debido a ello lo que se realizará es estudiar la evolución de estas gráficas en la zona no lineal. Para ello, vamos a realizar diferentes diagramas de Lissajous para las muestras, a las diferentes deformaciones de los ensayos y a las velocidades que se ensaya cada muestra, como se observa en las figuras 6.11, 6.12, 6.13 y 6.14. Los diagramas de Lissajous, dependiendo de la forma obtenida en la representación, tienen diversos significados y son los siguientes:

- Lineal. El comportamiento del material es elástico
- Circular. El comportamiento del material es viscoso.
- Elíptica. El comportamiento del material es viscoelástico lineal (LVE), es decir, cuando trabajamos en el ensayo SAOS.
- Elipse deformada. El comportamiento del material es viscoelástico no lineal, es decir, cuando trabajamos a grandes deformaciones de entrada, LAOS.

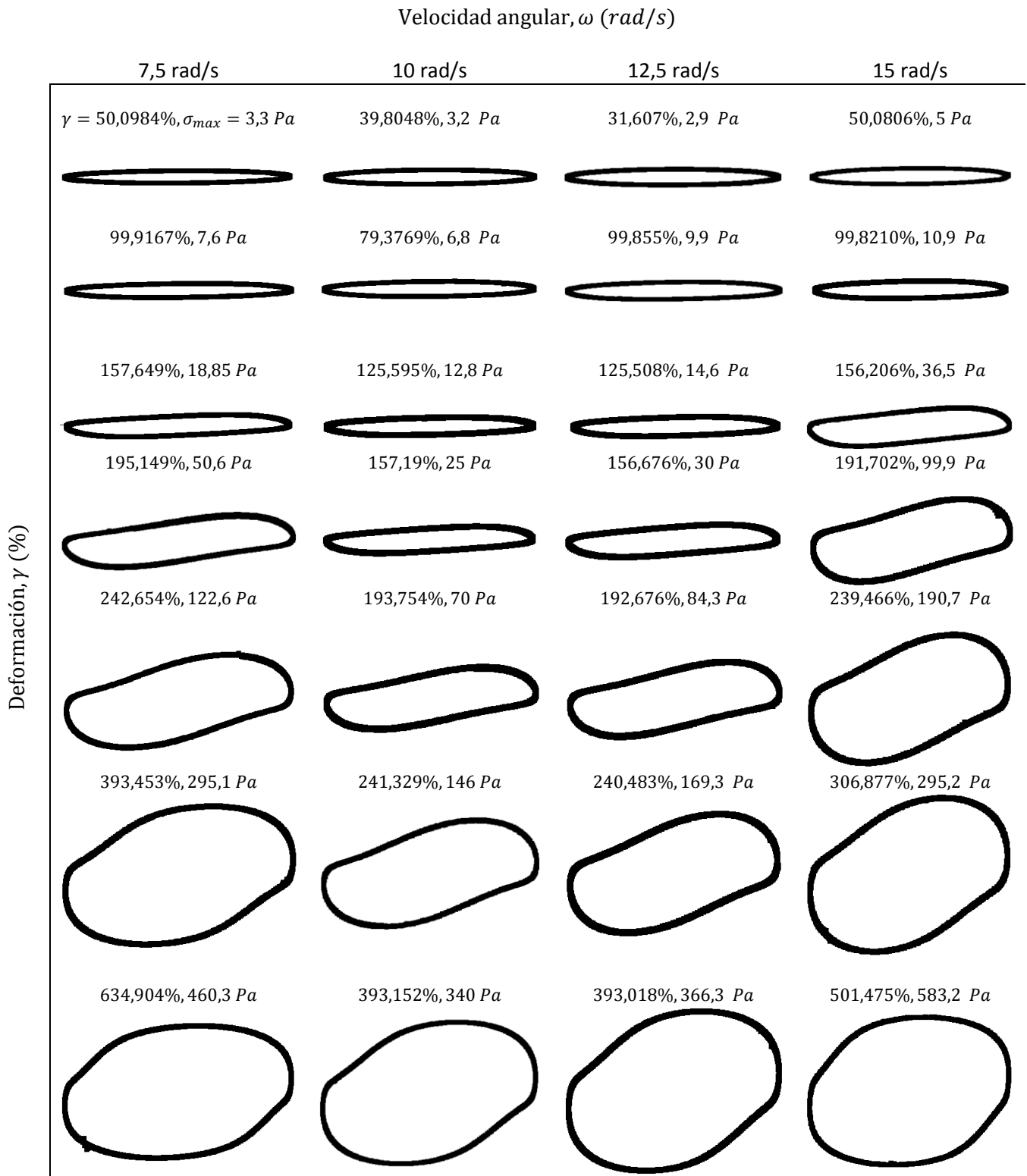
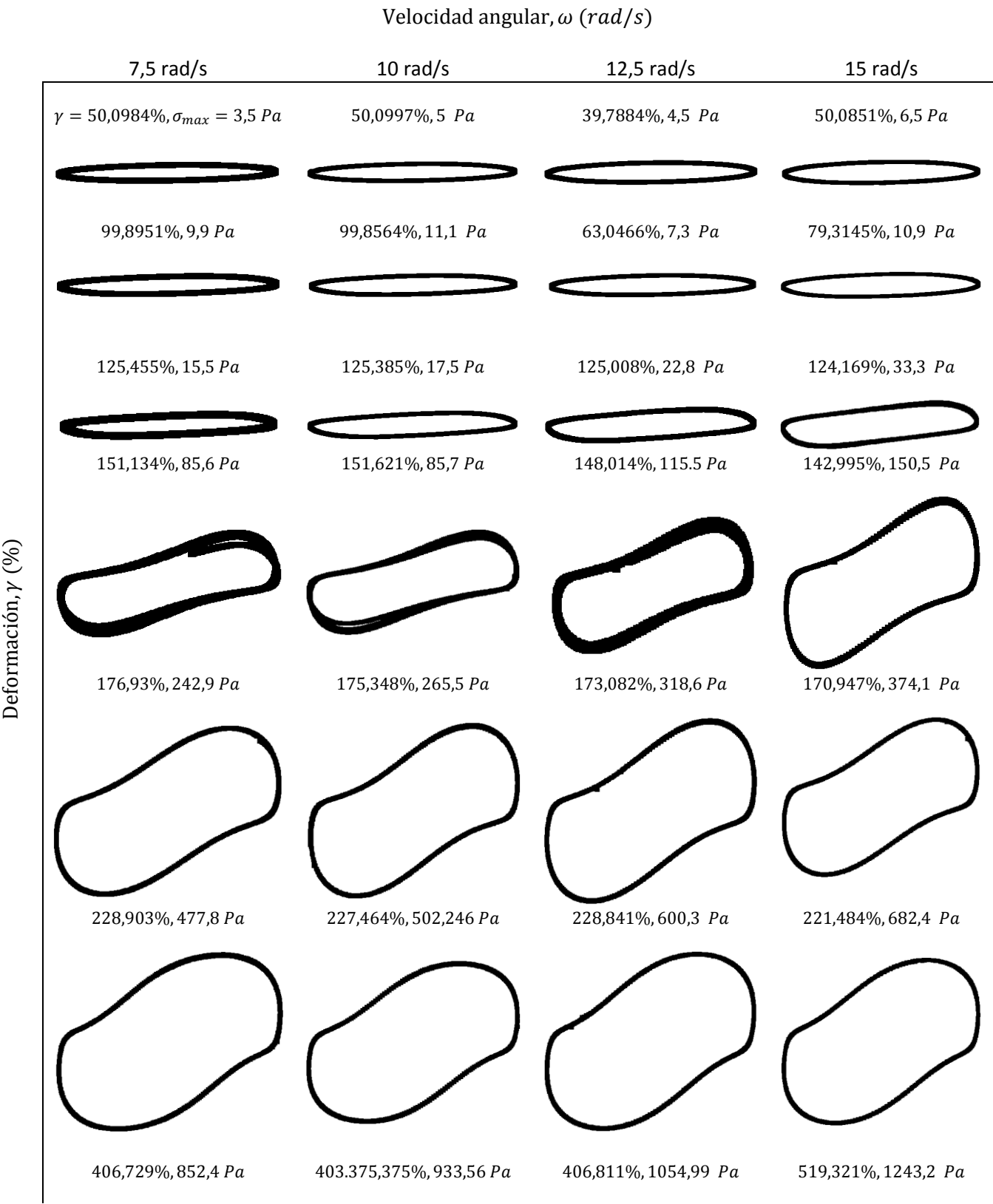


Figura 6. 11 Diagramas de Lissajous, representando la tensión total respecto a la deformación para la muestra de 7,5 % de sílica a diferentes amplitudes de deformación y diversas velocidades angulares (frecuencia).



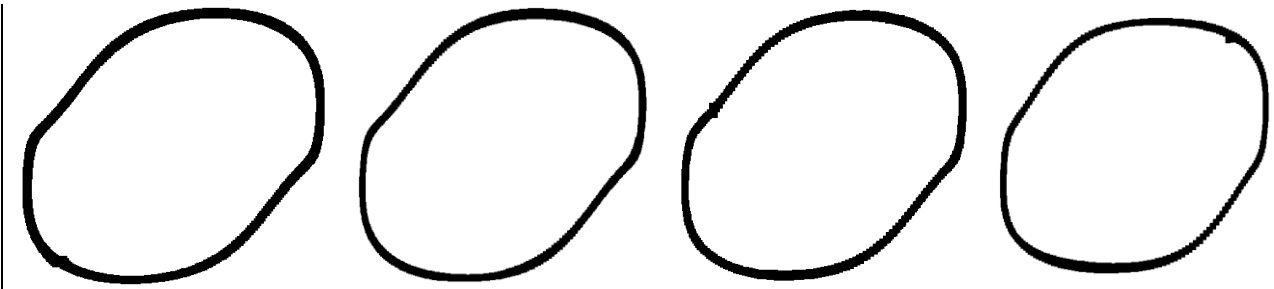


Figura 6. 12 Diagramas de Lissajous, representando la tensión total respecto a la deformación para la muestra de 10 % de sílica a diferentes amplitudes de deformación y diversas velocidades angulares (frecuencia).

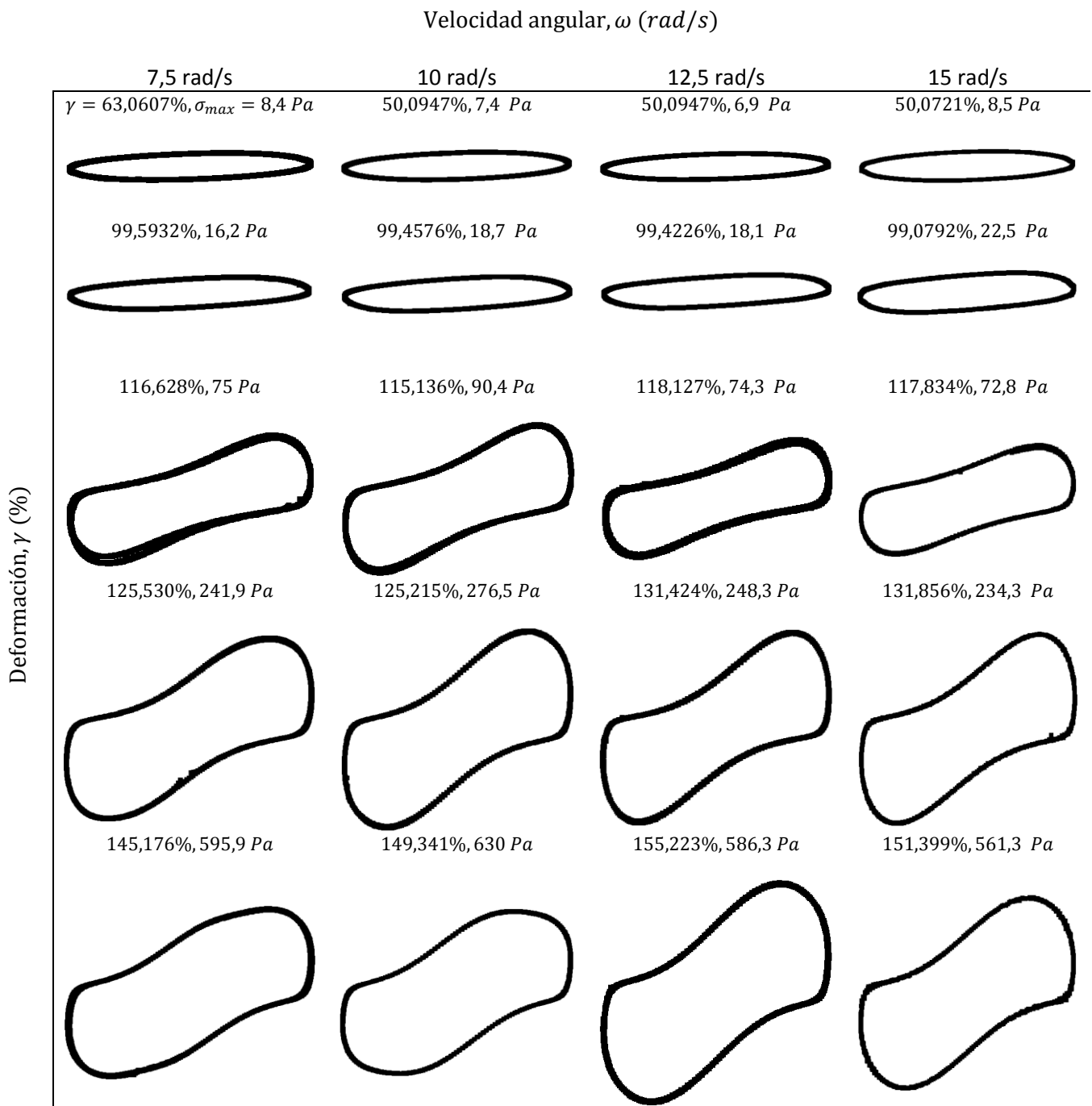
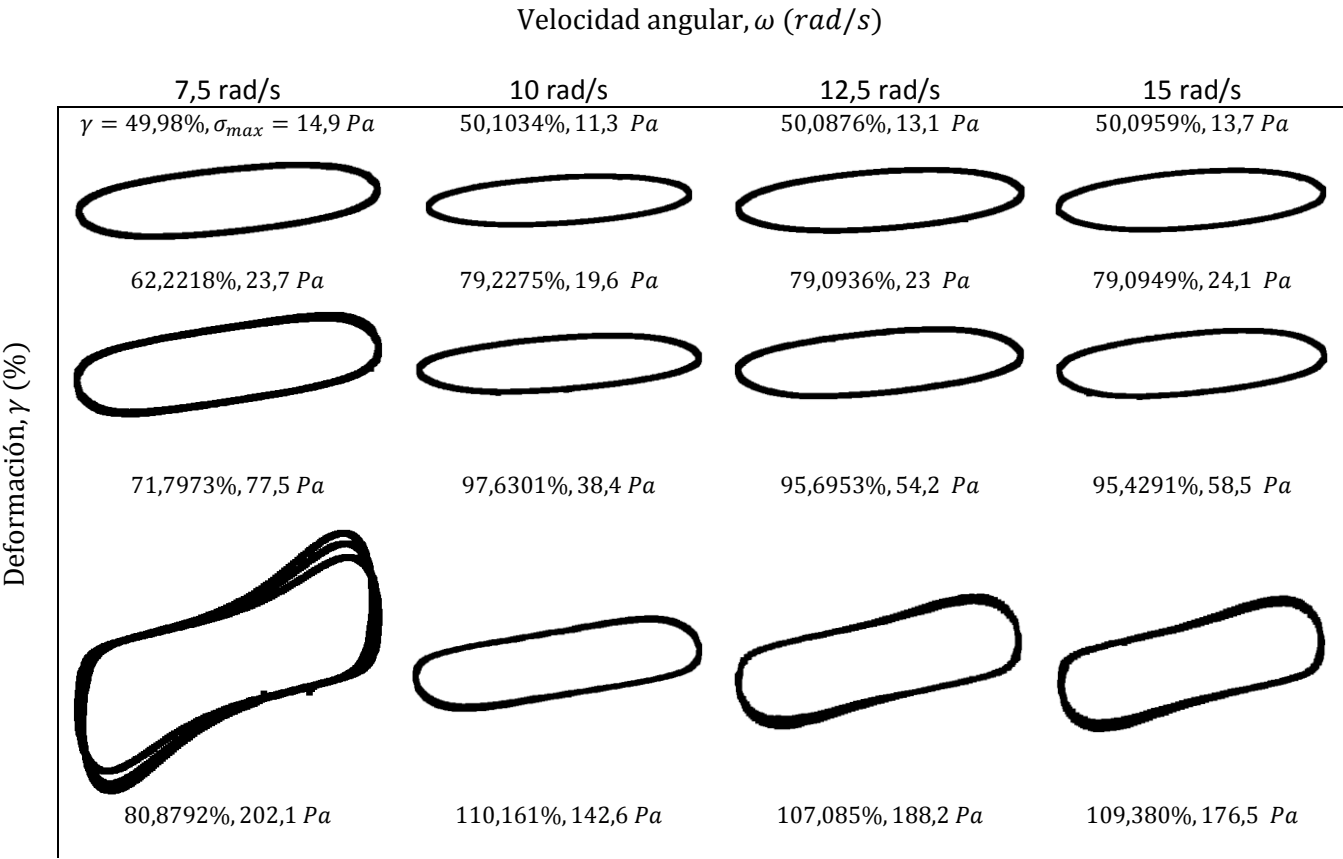






Figura 6. 13 Diagramas de Lissajous, representando la tensión total respecto a la deformación para la muestra de 12,5% de sílica a diferentes amplitudes de deformación y diversas velocidades angulares (frecuencia).



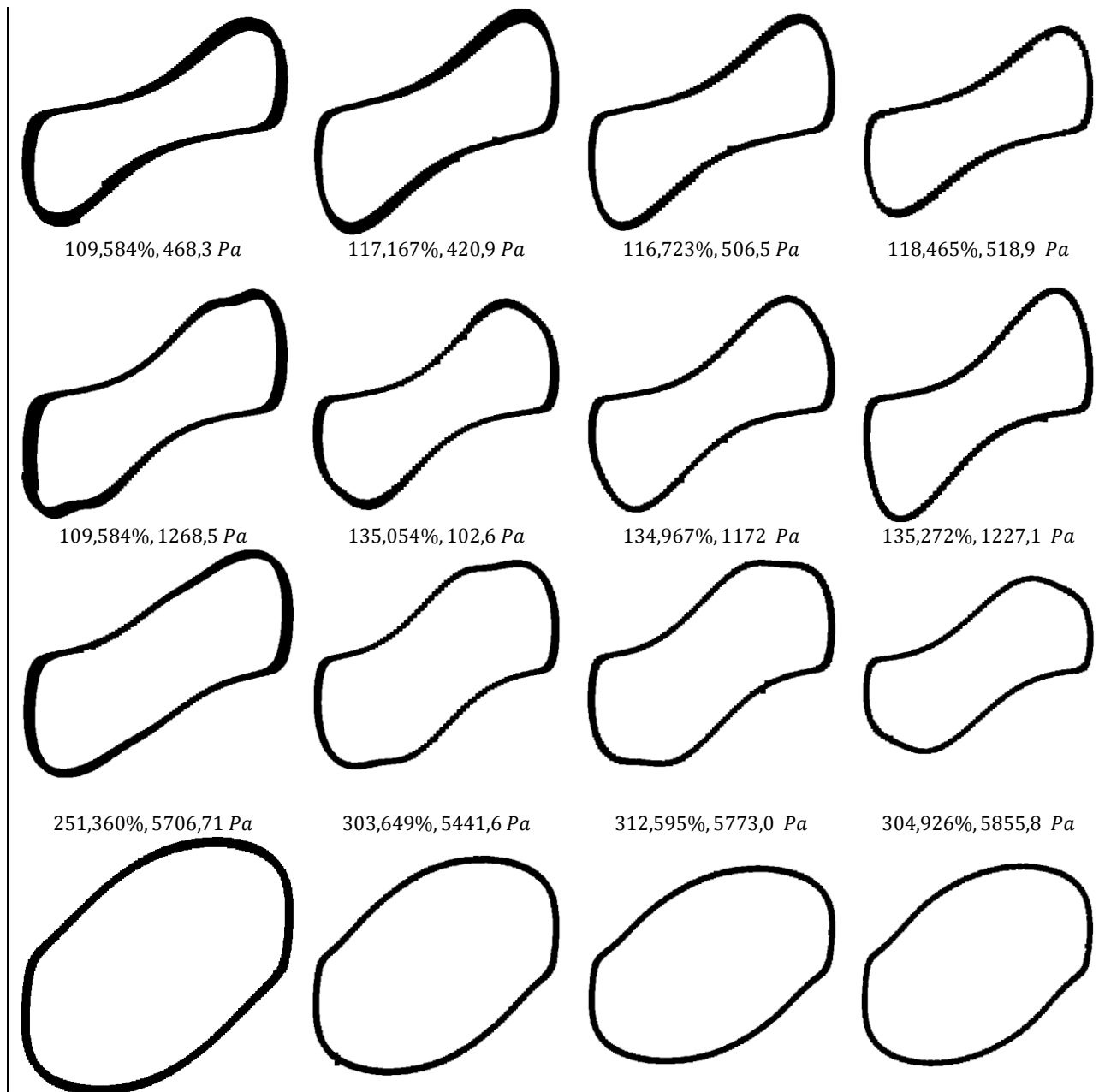


Figura 6. 14 Diagramas de Lissajous, representando la tensión total respecto a la deformación para la muestra de 15 % de sílica a diferentes amplitudes de deformación y diversas velocidades angulares (frecuencia).

Tras haber realizado el estudio anterior, se puede observar con claridad la entrada a la zona de viscoelasticidad no lineal, y como la elipse se deforma cada vez más hasta que el comportamiento deja de ser dilatante, y aunque no entran en una zona lineal se empieza a asimilar de nuevo a una elipse. Por otro lado, se puede ver el efecto del porcentaje de partículas de sílica a la hora de entrar en la región no lineal y también la tensión a la que se desarrolla. Por último, el efecto de la velocidad, aunque es menos drástico que el porcentaje de material, ya que en los diagramas se observa que a similares deformaciones la tensión necesaria es mayor.

En el segundo experimento realizado, lo que se ha hecho es mantener la deformación constante, y por ello no se pueden realizar los diagramas de Lissajous, pero el programa TRIOS nos ofrece la representación de la deformación de entrada y la respuesta del momento, que sería equivalente a la tensión. De esta forma se observa como la onda de estudio (torque) va dejando de ser sinusoidal en la zona de dilatancia. En la siguiente figura 6.15 se observa la muestra de 7.5% a 400% de deformación con aumento de la frecuencia angular.

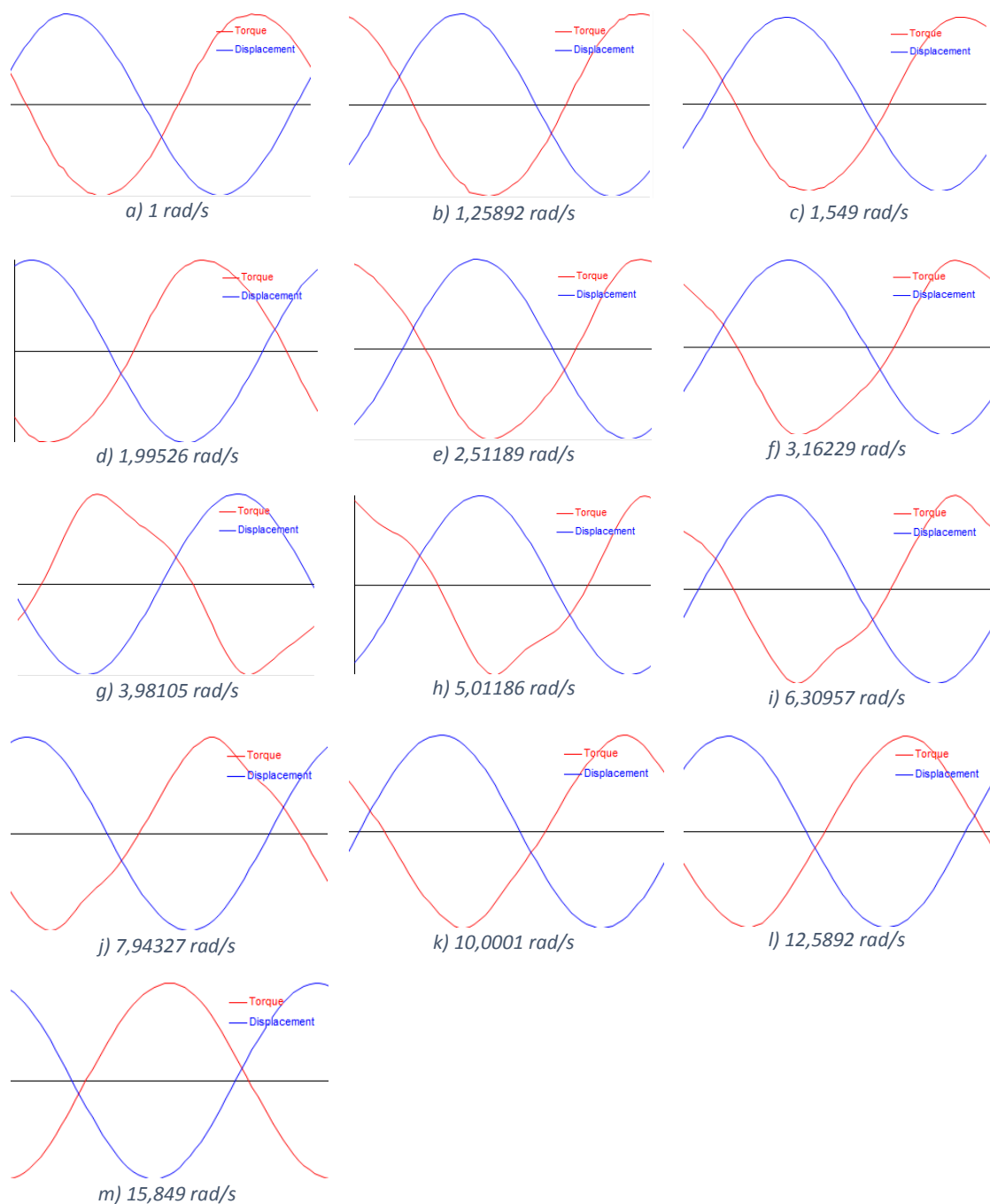


Figura 6. 15 Comportamiento de la señal de salida (torque) en función de la señal de entrada, a medida que aumenta la velocidad angular.

Como se puede observar en la figura 6.15 la señal de respuesta (roja) es sinusoidal a velocidades angulares pequeñas, y a partir de la gráfica e) empieza a producirse una

deformación. Esta deformación significa la entrada a la zona de dilatancia, es decir, la viscosidad comienza a aumentar, y viene dada por la presencia de diferentes armónicos de más de orden uno que empiezan a no ser despreciables. Esta onda de respuesta cada vez se deforma más hasta llegar en este caso a la gráfica k) donde se termina esta zona de dilatancia y comienza a comportarse como un fluido reofluidizante.

En cada experimento en el que mantenemos la deformación constante sucede lo mismo, pero dependiendo la deformación producida y el porcentaje de sílica de la muestra se producirá a una velocidad menor o mayor. No se va a proceder a la realización de una tabla de cada uno de ellos, ya que, el análisis del proyecto del LAOS se centraba en los diagramas de Lissajous realizados con anterioridad.

## CAPÍTULO 7. CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO

---

## 7.1 CONCLUSIONES

En el presente proyecto final de grado se ha realizado la investigación y el estudio de diferentes muestras de fluidos dilatantes. Estas muestras se diferencian en el porcentaje de partículas sólidas de sílica y utilizando la misma base, *polipropileno glicol (PPG)*. Este estudio se ha realizado para poder comprender de mejor forma el comportamiento de los fluidos dilatantes (muy escasos en la naturaleza).

El trabajo se ha centrado en el estudio de la fase de dilatancia, es decir, cuando la viscosidad aumenta y se comporta más como un sólido que como un fluido, ya que, para cada una de las aplicaciones, la utilidad del fluido se produce en esta zona.

Mediante el ensayo rotacional Flow Sweep realizado a las 4 muestras de 7.5, 10, 12.5 y 15% de sílica, se ha comprobado la dependencia de velocidad de cizalla crítica con el porcentaje de partículas sólidas.

Se han realizado dos tipos de ensayos oscilatorios, OA y OF. En ambos, el primer estudio realizado ha sido la representación de gráficas de los módulos  $G'$  y  $G''$ ,  $\tan \delta$  y  $\eta^*$ . Se diferencian en la representación de las abscisas, el primero es en función de la deformación (%) y el segundo en función de la velocidad angular (rad/s). Se ha comprobado como la fase de dilatancia se adelanta a medida que se aumenta el porcentaje de sílice. No sólo se adelanta el punto crítico, sino que la parte de sólido elástico se incrementa como se puede ver en las gráficas de las tangentes de pérdidas.

Ambos ensayos pueden ser estudiados mediante la teoría de hydroclusters, al inicio se comportan como un fluido newtoniano o reofluidizante, para seguir con la entrada a la zona dilatante debido a la formación de las agrupaciones, y, por último, cuando la agrupación llega a la saturación rompiéndose los grupos de partículas, para comportarse de nuevo como un fluido reofluidizante. La velocidad a la que realizamos el ensayo influye, pero de forma mucho menos considerativa que la composición de partículas sólidas. Por lo que podemos deducir que a mayor porcentaje de sílice mayor viscosidad se llega a alcanzar.

Por último, en los ensayos oscilatorios OA, se han realizado los diagramas de Lissajous. Se han hecho tablas de las cuatro muestras a diferentes velocidades angulares y a diversas deformaciones para observar las figuras geométricas. Se puede ver que a mayores velocidades e a iguales deformaciones la tensión necesaria es mayor, y como la zona de dilatancia (cuando deja de ser una elipse) se adelanta. Por último, también se puede observar como a mismas velocidades y a diferente composición de sílice, el aumento de la viscosidad es mayor (elipses más deformadas y tensiones mayores) y la zona LVE (lineal) se hace más pequeña.

## 7.2 TRABAJOS FUTUROS

Este proyecto es una investigación acerca de los fluidos dilatantes, considerando la temperatura constante, y de esta forma entender mejor su comportamiento en función de diversos parámetros. Es una vía en desarrollo, que en la actualidad tiene muchos caminos abiertos para un gran número de futuras aplicaciones, aunque todavía no se han llevado a la comercialización muchas de ellas.

Para aumentar los conocimientos y que sean más certeros, se propone la realización de los mismos experimentos, pero a diferentes temperaturas. También sería interesante observar muestras con el mismo porcentaje de partículas sólidas pero que estas fuesen de diferentes tamaños y/o formas. Así, se puede llegar a entender mejor como afectan los diferentes parámetros a la formación de los hydroclusters y con ello a la zona de dilatancia.

Las diferentes aplicaciones a las que buscamos aplicar estos fluidos dependen de la velocidad crítica a la comienza a endurecerse el material, y a la velocidad máxima donde vuelve a disminuir su viscosidad. Dependiendo de estos puntos, podrán utilizarse para unas u otras aplicaciones.

Si en el futuro pudiera seguir con la investigación de los fluidos dilatantes, buscaría realizar este tipo de experimentos, en función de todos los parámetros que afectan a su comportamiento, pero enfocado hacia el campo en particular de la medicina ortopédica, ya que considero que mejoraría la calidad de vida de un gran número de personas en recuperación.

## REFERENCIAS

---



## REFERENCIAS

- [1] O. Rojas, M. Briceño and J. Avendaño, "Fundamentos de la reología," , vol. 3, 2012.
- [2] H.A. Barnes, J.F. Hutton and K. Walters, "An introduction to Rheology", no. 1, 2005.
- [3] S. González Roldán, "Diseño mecánico de un equipo para medida de la viscosidad en fluidos no newtonianos.", febrero 2009, pp. 7-36
- [4] K. Walters, "History of Rheology", vol. 1, no. 1.
- [5] J.S. Ramírez Navas, "Introducción a la reología de los alimentos." ReCiTeIA, vol. 6, no. 1, 2006.
- [6] D. Doraiswamy, "The origin of Rheology: A short historical excursion,"
- [7] C.A. Silvia Blanco, "Caracterización reológica de hidrocoloides alimentarios: goma guar, goma tragacanto, metilcelulosa y sus mezclas," , junio 2010, pp. 71-110 y 93-96.
- [8] V. Sanabia, "Conceptos Fundamentales de Fenómenos de Transporte", V-sarabia.blogspot.com.es, 2011. [Online]. Dponible en <http://v-sarabia.blogspot.com.es/2011/09/conceptos-fundamentales-de-fenomenos-de.html>. [accedido en 15- mayo- 2018]
- [9] RUA (Universidad de Alicante, departamento de Ingeniería química). Reología, temas 1, 2, 3, 4 y 5.
- [10] H.A. Barnes, J.F. Hutton and K. Walters, "An introduction to Rheology", no. 1, 2005.
- [11] A.F. Méndez-Sánchez, L. Pérez-Trejo and A.M. Paniagua Mercado, "Determinación de la viscosidad de fluidos newtonianos y no newtonianos (una revisión del viscosímetro de Couette)," , vol. 4, enero 2010.
- [12] E.L. Ibarrola, "Introducción a los fluidos no newtonianos" (Cátedra de Mecánica de los Fluidos- UNCor)
- [13] M. Hasanzadeh, V. Mottaghitalab, "The Role of Shear-Thickening Fluids (STFs) in ballistic and Stab- Resistance Improvement of Flexible Armor", vol.4, no.4, enero 2014.
- [14] T. Tian, W. Li, J. Ding, G. Alici, H. Du, "Study of the temperature effect of shear thickening fluid", Julio 2013.
- [15] E. Brown, H.M. Jaeger, "Shear Thickening in concentrated suspensions: phenomenology, mechanisms and relations to jamming", Abril 2014
- [16] S. Yildiz, "Synthesis and rheological behaviour of shear thickening fluids (STFs) for liquid armor applications", Diciembre 2013.
- [17] J.Ding, P.J. Tracey, W. Li, G. Peng, P.G. Whitten, " Review on shear thickening fluids fluids and applications", 2013.
- [18] P. Passey, "Study of pre-shearing protocol and rheological parameters of shear thickening fluids containing nano particles", Julio 2016.

## REFERENCIAS

- [19] J. Warren, S. Offenberger, H. Toghiani, C.U. Pittman Jr., T.E. Lacy, S. Kundu, "Effect of temperature on the Shear- Thickening behavior of fumed silica suspension", Agosto 2015.
- [20] H.A.Barnes, "Shear thickening ("Dilatancy") in suspensions of Nonaggregating Solid Particles dispersed in Newtonian Liquids", Journal of rheology 1989, vol. 33, pag 329-367.
- [21] B. J. Maranzano, N. J. Wagner, "The effects of particle size on reversible shear thickening of concentrated colloidal dispersions", vol. 114, no. 23, 15 de junio de 2001.
- [22] S.Gürgen, M.C. Kushan, W. Li, "Shear thickening fluids in protective applications: A review", Julio 2017.
- [23] "EXPOBICI // Leatt Airflex knee and elbow guard, 100 grammi di protezione al massimo livello", YouTube, 2018. (Online). Disponible en <https://www.youtube.com/watch?v=IDEnAwILzWs>. (Accedido: 25- mayo- 2018)
- [24] "D3O - We protect people and their things", D3O, 2018. [Online]. Disponible en <https://www.d3o.com/>. [Accedido: 25- mayo- 2018]
- [25] "Un badén 'inteligente' que reduce los daños en el coche", YouTube, 2018. [Online]. Disponible en <https://www.youtube.com/watch?v=2Qj2ap7dAes>. (Accedido: 27- mayo- 2018)
- [26] Diapositivas Rheology Theory and applications. TA Básico entender experimentos reológicos.
- [27] "What is a Rheometer?", Innovateus.net, 2018. (Online). Disponible en <http://www.innovateus.net/science/what-rheometer>. (Accedido: 17- Jun- 2018)
- [28] D. Novoa, "Introducción a la reología", Es.slideshare.net, 2013. (Online). Disponible en <https://es.slideshare.net/diegonovoa/introduccion-bsicareologanovoa>. (Accedido: 20- mayo- 2018)
- [29] "Reómetro rotacional Kinexus pro+ de Malvern Panalytical", Malvernpanalytical.com, 2018. (Online). Disponible en <https://www.malvernpanalytical.com/es/products/product-range/kinexus-range/kinexus-pro-plus>. (Accedido: 20- mayo- 2018)
- [30] "Calibración del accesorio de torsión rectangular del reómetro ARES-G2", TA Instruments, 2018. [Online]. Disponible en <http://www.tainstruments.com/ares-g2-rectangular-torsion-fixture-calibration/?lang=es>. (Accedido: 20- mayo- 2018)
- [31] T.G. Mezger, "The rheology handbook: For users of rotational and oscillatory rheometers", no.2, 2006.
- [32] K.Hyun, M. Wilhelm, C.O. Klein, K.S. Cho, J.G.Nam, K.H.Ahn, S.J.Lee, R.H.Ewoldt, G.H.McKinley, "A review of nonlinear Oscillatory Shear tests: Analysis and Application of Large Amplitude Oscillatory Shear (LAOS)", Enero 2011
- [33] R. H. Ewoldt, A. E. Hosoi, and G. H. McKinley, "New measures for characterizing non-linear viscoelasticity in large amplitude oscillatory shear (LAOS)", (Cambridge, MA 02139)

## REFERENCIAS

- [34] G. H. McKinley, "Rheological Fingerprinting of complex fluids and soft solids", Agosto 2012.
- [35] R.H. Ewoldt, N. A. Bharadwaj," Low-dimensional intrinsic material functions for nonlinear viscoelasticity", University of Illinois at Urbana-Champaign, Urbana, IL 61801, USA